

EFEKTIVITAS JENIS ADSORBEN PADA PEMURNIAN BERTINGKAT MINYAK MATA TUNA KAYA DHA

Silva Fauziah, Wini Trilaksani*, Tati Nurhayati

Departemen Teknologi Hasil Perairan, Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan, IPB University
Jalan Agatis, Kampus IPB Dramaga Bogor, Indonesia 16680

Diterima: 18 Juli 2023/Disetujui: 15 Januari 2024

*Korespondensi: wtrilaksani@apps.ipb.ac.id

Cara sitasi (APA Style 7th): Fauziah, S., Trilaksani, W., & Nurhayati, T. (2024). Efektivitas jenis adsorben pada pemurnian bertingkat minyak mata tuna kaya DHA. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 27(1), 75-88. <http://dx.doi.org/10.17844/jphpi.v27i1.48865>

Abstrak

Docosahexaenoic acid (DHA), merupakan asam lemak omega-3 pada minyak ikan yang berperan penting dalam perkembangan otak dan retina. Minyak ikan kaya DHA belum diproduksi secara massal di Indonesia. Mata tuna yang menjadi hasil samping industri perikanan dapat menjadi sumber potensial DHA dan *eicosapentaenoic acid* (EPA). Minyak mata tuna dengan karakteristik tinggi DHA dan *polyunsaturated fatty acid* (PUFA) rentan mengalami oksidasi, sehingga proses pemurnian perlu dilakukan untuk menghilangkan pengotor penyebab oksidasi. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan perlakuan pemurnian terbaik melalui parameter mutu minyak ikan guna menghasilkan minyak mata tuna dengan penurunan pengotor yang maksimal. Minyak mata tuna diperoleh melalui ekstraksi secara sentrifugasi. Minyak yang dihasilkan selanjutnya dimurnikan dengan beberapa tingkatan perlakuan pemurnian, yaitu netralisasi (N1), netralisasi *bleaching* (N1B1), netralisasi *bleaching* netralisasi (N1B1N2), dan netralisasi *bleaching* netralisasi *bleaching* (N1B1N2B2). Pemurnian menggunakan jenis adsorben yang berbeda, yakni alumina aktif 8%, arang aktif 10%, dan magnesol XL 5%. Parameter yang dianalisis meliputi asam lemak bebas (FFA), bilangan asam, bilangan peroksida, anisidin, dan total oksidasi (TOTOX). Hasil penelitian menunjukkan bahwa perbedaan jenis adsorben dan perbedaan tingkat ekstraksi berpengaruh secara nyata ($p < 0,05$) terhadap bilangan peroksida, bilangan anisidin, total oksidasi, asam lemak bebas dan bilangan asam. Perlakuan dengan tingkat pemurnian N1B1N2B2 dengan adsorben magnesol XL 5% merupakan perlakuan terbaik. Proses pemurnian menghasilkan penurunan parameter oksidasi mencapai 50-80% meskipun minyak yang dihasilkan masih belum sesuai standar.

Kata kunci: *bleaching*, netralisasi, pengotor, total oksidasi

Effectiveness of Adsorbent Type on Graded Purification of DHA-Rich Tuna Eye Oil

Abstract

Docosahexaenoic acid (DHA), an omega-3 fatty acid in fish oil, plays a crucial role in brain and retina development. Despite the importance of DHA-rich fish oil, mass production remains limited in Indonesia. However, tuna eye, an industrial by-product, shows promise as a potential source of eicosapentaenoic acid (EPA) and DHA. Notably, high DHA and polyunsaturated fatty acid PUFA in tuna eye oil are prone to oxidation. To address this, double purification (neutralization, bleaching) using different adsorbents (activated alumina, activated charcoal, magnesol XL) reduces oxidation, meeting oil standards. This research aims to determine the best purification treatment through the quality parameters of fish oil to produce tuna eye oil with maximum impurity reduction. The fish oil was obtained by centrifugation process, then it was purified with several treatment level namely, neutralization (N1), neutralization, bleaching (N1B1), neutralization, bleaching, neutralization (N1B1N2), and neutralization, bleaching, neutralization, bleaching (N1B1N2B2). Several types for adsorbent was used for purification process namely 8% activated alumina, 10% activated charcoal, and 5% magnesol XL. Parameters examined include free fatty acids (FFA), acid number, peroxide value, anisidin, and total oxidation (TOTOX). The best treatment resulted was the purification level of N1B1N2B2 with 5% magnesol XL adsorbent. The results indicate significant effects

($p < 0.05$) of adsorbents and extraction levels on oxidation numbers (peroxide, anisidine, free fatty acid and acid value). The refining process yields oil with reduced oxidation parameters, though exceeding the standard, it lowers impurities by 50-80% of initial values.

Keywords: bleaching, impurity, neutralization, total oxidation

PENDAHULUAN

Minyak ikan telah lama digunakan sebagai suplemen makanan karena kandungan omega-3, terutama *eicosapentaenoic acid* (EPA) dan *docosahexaenoic acid* (DHA). *Docosahexaenoic acid* (DHA) merupakan asam lemak yang berperan penting dalam perkembangan otak dan retina janin (Lauritzen *et al.*, 2016). Aplikasi DHA pada berbagai produk telah dilakukan, yaitu pada kukis (Riyanto *et al.*, 2021), bubur (Riyanto *et al.*, 2020), biskuit (Ilza & Karnila 2021) dan menjadi solusi dalam penerapan diet sehat ibu hamil. Minyak ikan kaya DHA di Indonesia saat ini belum diproduksi secara massal. Indonesia mengimpor minyak ikan pada tahun 2021 mencapai 9.124.579 kg (KKP, 2021). Mata tuna berpotensi menjadi minyak ikan karena mengandung EPA 7,07% dan DHA 36,72% (Renuka *et al.*, 2016), serta EPA 6,19% dan DHA 34,96% (Trilaksani *et al.*, 2020). Hal tersebut menjadi peluang dalam membantu pemerintah memenuhi kebutuhan DHA secara domestik dan mengurangi ketergantungan impor.

Minyak mata tuna maupun minyak ikan pada umumnya mengandung komponen pengotor nonlipid, yaitu asam amino, asam lemak bebas (FFA), dan air yang dapat menurunkan kualitasnya. Minyak mata tuna yang mengandung PUFA, salah satunya DHA lebih rentan mengalami oksidasi (Damodaran & Parkin, 2017). Trilaksani *et al.* (2021) melaporkan ekstraksi minyak mata tuna menghasilkan nilai oksidasi tinggi yang melebihi standar, bilangan peroksida $121,43 \pm 0,62$ meq/kg (standar maksimum 5 meq/kg), bilangan anisidin $104,55 \pm 1,41$ meq/kg (standar maksimum 20 meq/kg), dan total oksidasi (TOTOX) $516,45 \pm 0,31$ meq/kg (standar maksimum 26 meq/kg). Upaya peningkatan mutu minyak mata tuna perlu dilakukan, dan pemurnian menjadi solusi dalam mengatasi hal tersebut.

Proses pemurnian minyak ikan umumnya melibatkan *degumming*, netralisasi,

bleaching, dan deodorisasi (Jacobsen *et al.*, 2013). Pemurnian secara bertahap dapat digunakan untuk minyak ikan dengan tingkat oksidasi tinggi yang tidak dapat dimurnikan dalam satu proses, misalnya minyak mata tuna. Netralisasi digunakan untuk menghilangkan asam lemak bebas (FFA) dan fosfolipid, sedangkan *bleaching* digunakan untuk menghilangkan komponen pengotor, misalnya protein, air, materi berwarna, dan pigmen (García-Moreno *et al.*, 2013; Monte *et al.*, 2015).

Adsorben alumina aktif, arang aktif, dan magnesol XL telah banyak digunakan dalam industri untuk memurnikan minyak nabati karena harganya yang terjangkau dan efektivitasnya dalam menghilangkan komponen warna (Icyer & Durak, 2018; Wang *et al.*, 2021). Wang *et al.* (2021) dalam penelitiannya menunjukkan kondisi *bleaching* optimum adalah minyak ikan dengan alumina aktif 8% pada suhu 80°C selama 40 menit dengan hasil terjadi peningkatan kandungan PUFA sebesar 5,64%. Riset terkait aplikasi adsorben karbon aktif pada proses *bleaching* sampel limbah minyak ikan dengan perbedaan konsentrasi arang aktif menunjukkan pengaruh yang berbeda nyata ($p < 0,05$) terhadap kadar asam lemak bebas dan bilangan peroksida, dengan perlakuan terbaiknya 2% arang aktif (Nadia *et al.*, 2020). Suseno *et al.* (2016) dalam risetnya tentang pemurnian minyak ikan hasil penepungan menggunakan magnesol 5% suhu 50°C, dilanjutkan dengan penyaringan filtrasi (*passive filter*) berbagai ukuran (5 μm , 3 μm , dan 1 μm), menunjukkan kadar oksidasi primer dan sekunder cenderung menurun seiring tingkat pemurnian dengan kualitas akhir asam lemak bebas sebesar 0,67%, bilangan peroksida 0,87 meq/kg, bilangan p-anisidin 3,66 meq/kg, dan TOTOX 5,48 meq/kg.

Riset pemurnian minyak telah banyak dilakukan dengan perbedaan model pemurnian, jenis adsorben hingga konsentrasi

dan suhu, namun untuk pemurnian mata tuna belum dilaporkan. Hasil penelitian Salsabila (2023) menunjukkan bahwa pemurnian bertingkat netralisasi-bleaching-netralisasi-bleaching (NBNB) dengan magnesol 5% mampu mengeliminasi pengotor (peroksida) hingga 44,10%. Berdasarkan hal tersebut penelitian ini bertujuan untuk menentukan perlakuan pemurnian terbaik melalui parameter mutu minyak ikan guna menghasilkan minyak mata tuna dengan penurunan pengotor yang maksimal.

BAHAN DAN METODE

Preparasi dan Ekstraksi Minyak Mata Tuna (Fernández-Lucas *et al.*, 2017; Trilaksani *et al.*, 2021; Wang *et al.*, 2021)

Mata tuna (*Thunnus* sp.) *by-product* industri tuna Bitung, Sulawesi Utara dan telah disimpan selama 2 tahun di suhu beku. *Thawing* mata tuna dilakukan dengan menaruh mata di suhu *chilling* (4°C) selama 12 jam. Mata tuna dipreparasi dan diambil bagian daging/otot-nya kemudian dilumatkan menjadi bubur dengan blender selama 3 menit. Bubur yang dihasilkan kemudian diekstraksi secara sentrifugasi (11.200 g, 30 menit, suhu 4°C). Minyak yang dihasilkan dipisahkan dari komponen lainnya yang berupa cairan dan padatan. Cairan dan padatan dicampur kembali lalu diekstraksi enzimatis menggunakan enzim papain komersil (200.000 U/g, Rainwood, China) konsentrasi 1% (b/b). Campuran diinkubasi dalam *waterbath shaker* (150 rpm, 60°C, 1 jam), kemudian disentrifugasi kembali. Minyak hasil ekstraksi diambil dan disatukan dengan rendemen hasil sentrifugasi pertama.

Analisis yang dilakukan meliputi kenampakan visual dengan kamera (Iphone 6), proporsi mata (ukuran dan bobot mata), analisis kesegaran mengacu SNI 2729:2013 tentang spesifikasi kenampakan mata ikan segar. Analisis proksimat, mengacu metode AOAC 2005. Determinasi profil minyak mata ikan tuna melibatkan penilaian visual minyak ikan menggunakan kamera telpon seluler pintar (Iphone 6, Apple inc.).

Pemurnian Minyak Mata Tuna (Suseno *et al.*, 2016)

Minyak hasil ekstraksi kemudian dimurnikan mengacu metode Suseno *et al.* (2016) dengan perbedaan pada tingkatan pemurniannya. Pemurnian dilakukan dengan 4 tingkat, yakni netralisasi (N1); netralisasi, *bleaching* (N1B1); netralisasi, *bleaching*, netralisasi (N1B1N2); dan netralisasi, *bleaching*, netralisasi, *bleaching* (N1B1N2B2). Setiap tingkatan pemurnian *bleaching* menggunakan jenis adsorben yang berbeda, yakni alumina aktif 8%, arang aktif 10%, dan magnesol XL 5%.

Pemurnian minyak mata tuna diawali dengan tahap netralisasi (N1). Minyak ikan dipanaskan pada suhu 60°C. NaOH 16 °Be kemudian ditambahkan ke dalam minyak dan diaduk selama 10 menit dengan *magnetic stirrer*, minyak disaring dengan sentrifugasi (10 menit, 16.800 g, suhu 10°C). Tahap selanjutnya proses *bleaching* (N1B1) menggunakan tiga jenis adsorben, yakni alumina aktif 8% (b/v) (Wang *et al.*, 2021) disimbolkan dengan huruf "a"; arang aktif 10% (b/v) (García-Moreno *et al.*, 2013) disimbolkan dengan huruf "b", dan magnesol XL 5% (b/v) (Suseno *et al.*, 2016) disimbolkan dengan huruf "c". Minyak dan adsorben dicampur secara kontinyu menggunakan *magnetic stirrer* (10 menit, 60°C) kemudian disentrifugasi (10 menit, 16.800 g, 10°C). Proses pemurnian berlanjut dengan tahap netralisasi 2 (N1B1N2) dan *bleaching* 2 (N1B1N2B2) yang sama seperti sebelumnya. Minyak kemudian diuji kualitasnya di setiap tahapan pemurnian (N1, N1B1, N1B1N2, N1B1N2B2) meliputi bilangan peroksida (AOAC, 2005 No. Ca 5a-40), asam lemak bebas (AOCS, 1998), bilangan anisidin (IUPAC 1987 No.2504), dan total oksidasi (TOTOX) (AOCS, 1997) pada setiap tahapan pemurniannya. Prosedur penelitian dapat dilihat pada *Figure 1*.

Asam Lemak Bebas (FFA) dan Bilangan Asam (AOCS 1998)

Sampel minyak 10 g dicampur dengan 25 mL alkohol 95% netral dalam labu Erlenmeyer 250 mL, dipanaskan hingga mendidih, ditetesi dengan 2 mL indikator

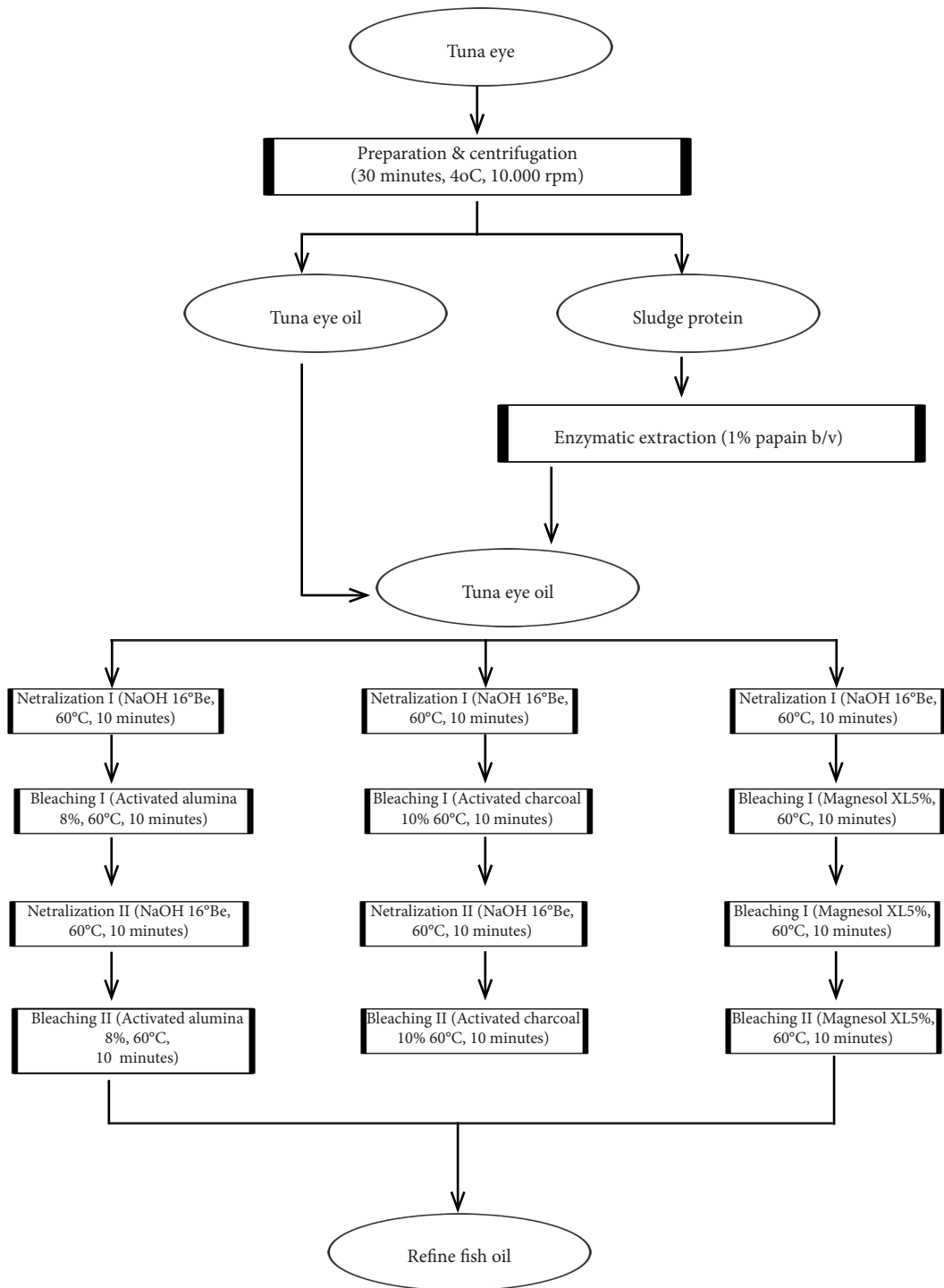


Figure 1 Tuna eye oil refining flow chart
Gambar 1 Diagram alir pemurnian minyak mata tuna

PP, lalu dititrasi dengan KOH 0,1 N sampai muncul warna merah muda stabil (10 detik), rumus perhitungan:

$$\text{Nilai FFA (\%)} = \frac{A \times N \times M}{10 G}$$

$$\text{Bilangan asam} = \frac{2,19 \times \text{Nilai FFA}}{G}$$

Keterangan:

- A = jumlah titrasi KOH (mL)
 B = normalitas KOH (0,1 N)
 G = gram contoh (g)
 M = bobot molekul asam lemak dominan

Bilangan Peroksida (AOAC 2005 No. Metode Ca 5a-40)

Sampel 2 g ditimbang dalam labu Erlenmeyer 250 mL, dicampur 30 mL larutan asam asetat (CH_3COOH) dan kloroform (CHCl_3) (3:2). Potassium iodida (KI) sebanyak 0,5 mL ditambah, kocok, lalu ditambah 30 mL akuades dan 0,5 mL larutan indikator kanji 1% hingga terbentuk warna awal biru kehitaman. Larutan tersebut dititrasi dengan 0,01 N sodium thiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) hingga warna putih. Rumus perhitungan:

$$\text{Nilai Peroksida (meq/kg)} = \frac{S \times M \times 1.000}{\text{berat sampel (g)}}$$

Keterangan:

- S = jumlah sodium thiosulfat (mL)
 M = konsentrasi sodium thiosulfat (0,01)

Bilangan Anisidin (IUPAC 1987 No. 2.504)

Dua jenis larutan uji: 1) 0,5 g sampel dalam 25 mL isooktan, dan 2) campuran 1 mL larutan anisidin (2,5 g/L) ke dalam 5 mL larutan uji 1. Setelah diaduk dan dihindarkan dari cahaya, ukur absorbansi. Larutan uji 1 diukur pada 350 nm dengan isooktan sebagai kompensasi, dan larutan uji 2 diukur pada 350 nm setelah 10 menit, menggunakan larutan uji 2 sebagai kompensasi. Rumus perhitungan:

$$\text{Nilai anisidin (meq/kg)} = \frac{25 \times (1,2A1 - A2)}{m}$$

Keterangan:

- A1 = absorbansi larutan uji 1

- A2 = absorbansi larutan uji 2
 m = massa sampel yang digunakan pada larutan uji 1

Total Oksidasi (TOTOX) (AOCS 1997)

Analisis total oksidasi dilakukan dua kali dengan menambahkan nilai bilangan peroksida dan nilai anisidin dengan perhitungan sebagai berikut:

$$\text{Nilai total oksidasi (meq/kg)} = (2PV + \text{anisidin})$$

Keterangan:

- PV = nilai bilangan peroksida
 anisidin = nilai anisidin

Analisis Data

Rancangan percobaan yang digunakan adalah rancangan acak lengkap (RAL) dengan faktor perlakuan metode pemurnian minyak (N1, N1B1a, N1B1b, N1B1c, N1B1N2a, N1B1N2b, N1B1N2c, N1B1N2B2a, N1B1N2B2b, N1B1N2B2c). Data diolah menggunakan *Microsoft Excel* dan *Statistical Product and Service Solution (SPSS)* versi 25. Analisis keragaman data menggunakan uji ANOVA *single factor*. Jika terdapat pengaruh yang signifikan ($p < 0,05$), dilakukan uji lanjut Duncan untuk melihat perbedaan yang signifikan antara perlakuan yang diberikan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakteristik Minyak Mata Tuna

Rerata bobot mata tuna $85,24 \pm 4,27$ g dan diameternya $5,65 \pm 0,49$ cm. Bagian-bagian lain dari mata tuna memiliki rata-rata berikut: sklera $5,20 \pm 0,68$ g; vitreous humor $23,73 \pm 5,48$ g; dan lensa $2,73 \pm 0,53$ g. Trilaksani *et al.* (2023) menggunakan mata tuna dengan spesifikasi bobot mata 126,25 g dan diameter 6,56 cm. Organoleptik mata tuna dilakukan dengan mengamati ketampakan mata menggunakan panelis sebanyak 30 orang mengacu SNI 2729:2013 tentang ikan segar. Nilai yang diperoleh $4,23 \pm 1,57$ dengan spesifikasi bentuk bola mata yang agak cekung, kornea yang keruh, pupil yang agak keabu-abuan, dan tidak mengilap.

Hasil proksimat menunjukkan bahwa kadar air merupakan komponen tertinggi dengan nilai $60,49 \pm 0,36\%$; abu $0,41 \pm 0,01\%$;

protein $13,32 \pm 0,33\%$; lemak $10,27 \pm 0,25\%$; dan karbohidrat $15,53 \pm 0,23\%$. Kadar lemak sangat penting, hal ini berkaitan dengan rendemen minyak yang dihasilkan. Semakin tinggi kadar lemak, maka minyak yang dihasilkan akan semakin banyak (Šimat *et al.*, 2019). Trilaksani *et al.* (2021) melaporkan bahwa persentase kadar lemak mata tuna mencapai $18,44 \pm 0,39\%$. Trilaksani *et al.* (2019) and avoid deterioration and loss of EVFO functionality during extraction, formulation and storage of EVFO emulsion supplement. Research comprised extraction, characterization, and formulation of emulsions with addition of mangrove (*Rhizophora mucronata*) menyatakan kadar lemak yang terdeteksi sebesar $18,04 \pm 0,58\%$ serta Renuka *et al.* (2016) sebesar $12,04\%$. Kadar lemak yang terdeteksi pada penelitian ini lebih rendah dibandingkan penelitian sebelumnya. Perbedaan tersebut dikarenakan bobot daging mata yang dihasilkan sedikit yakni $85,24 \pm 4,27$ g dan berbeda dengan penelitian Trilaksani *et al.* (2021) yang mencapai $90,63 \pm 5,02$ g. Tingkat kehalusan bubuk daging mata tuna (*extraocular muscle*) merupakan bagian yang krusial, semakin banyak bubuk dan semakin halus tekstur maka rendemen minyak mata tuna akan semakin meningkat. Kadar lemak daging mata tuna tergolong ke dalam *high fat fish* karena persentase lemaknya yang lebih dari 8% (Mohanty *et al.*, 2016). Adapun kenampakan mata tuna secara visual dapat dilihat *Figure 2*.

Bagian otot/daging mata tuna yang telah diekstraksi secara enzimatis selanjutnya disentrifugasi untuk dipisahkan minyak dengan komponen lain. Hasilnya terdapat beberapa bagian yang dapat dilihat pada *Figure*



Figure 2 Visual appearance of tuna eye; 1 (appearance of the tuna eye); b.1 (sclera); b.2 (vitreous humor); b.3 (extraocular muscles); b.4 (lens); b.5 (cornea)

Gambar 2 Ketampakan mata tuna; 1 (mata tuna utuh); b.1 (sklera); b.2 (*vitreous humor*); b.3 (otot ekstraokuler); b.4 (lensa); b.5 (kornea)

3. Ghaly (2013) melaporkan bahwa minyak hasil ekstraksi enzimatis menghasilkan empat lapisan, yaitu lapisan pertama adalah minyak, diikuti oleh lapisan *light lipid-protein*, *aqueous protein hydrolysate*, dan *sludge and heavy lipid protein*. Pemisahan lapisan-lapisan tersebut terjadi karena perbedaan massa jenis pada masing-masing komponen. Minyak dengan bobot jenis paling rendah akan terpisah dan berada di bagian atas, sementara *heavy lipid protein* akan terdapat di bagian paling bawah. Ketampakan visual dari minyak mata tuna hasil pemisahan sentrifugal dapat dilihat pada *Figure 3*.

Mutu Minyak Mata Tuna Hasil Pemurnian

Asam lemak bebas

Asam lemak bebas (FFA) adalah asam karboksilat yang dilepaskan dari triasilgliserol akibat pemutusan ikatan ester oleh enzim lipase, suhu tinggi, dan kelembapan. Asam lemak bebas (FFA) terbentuk karena beberapa faktor, yakni kelembapan, suhu tinggi, dan terjadinya hidrolisis pada lipid. Asam lemak bebas (FFA) merupakan pro-oksidan minyak yang dapat mempercepat terjadinya dekomposisi hidroperoksida (oksidasi primer). Kandungan asam lemak bebas (FFA) yang tinggi dalam minyak dapat menyebabkan oksidasi lebih lanjut dan terbentuknya senyawa volatil yang mudah menguap serta menghasilkan rasa dan aroma tengik (Chew & Nyam, 2019). Adapun persentase asam lemak bebas minyak hasil pemurnian dapat dilihat pada *Figure 4*.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa terdapat perbedaan yang signifikan ($p < 0,05$) antara netralisasi (N1) dengan

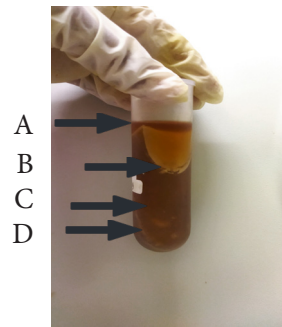


Figure 3 Visual appearance of centrifuged tuna eye oil; A: oil layer; B: light lipid-protein
C: aqueous protein hydrolysate; D: sludge and heavy lipid protein

Gambar 3 Ketampakan minyak mata tuna hasil sentrifugasi; A: lapisan minyak; B: *light lipid-protein*; C: *aqueous protein hydrolysate*; D: *sludge and heavy lipid protein*

N1B1N2B2 dalam nilai asam lemak bebas (FFA) (Figure 4). Perlakuan pemurnian N1B1N2B2 menggunakan adsorben magnesol XL menghasilkan penurunan tertinggi mencapai 83% dengan nilai asam lemak bebas (FFA) sebesar $0,34 \pm 0,07\%$. Hal ini sesuai dengan penelitian Suseno *et al.* (2016) yang memurnikan minyak hasil samping penepungan sardine dengan netralisasi dan *bleaching*, hasilnya menunjukkan bahwa netralisasi sekali sudah dapat menurunkan asam lemak bebas (FFA) secara signifikan sebesar 69,02%.

Bilangan asam

Bilangan asam adalah jumlah miligram kalium hidroksida yang diperlukan untuk menetralkan asam lemak bebas (FFA) dalam minyak atau lemak. Bilangan asam dan asam lemak bebas merupakan dua hal yang saling terkait (García-Moreno *et al.*, 2013). Bilangan asam yang tinggi mengindikasikan kualitas minyak yang rendah. Bilangan asam minyak mata tuna hasil pemurnian dapat dilihat pada Figure 5.

Hasil penelitian menunjukkan bilangan asam sebelum pemurnian telah memenuhi

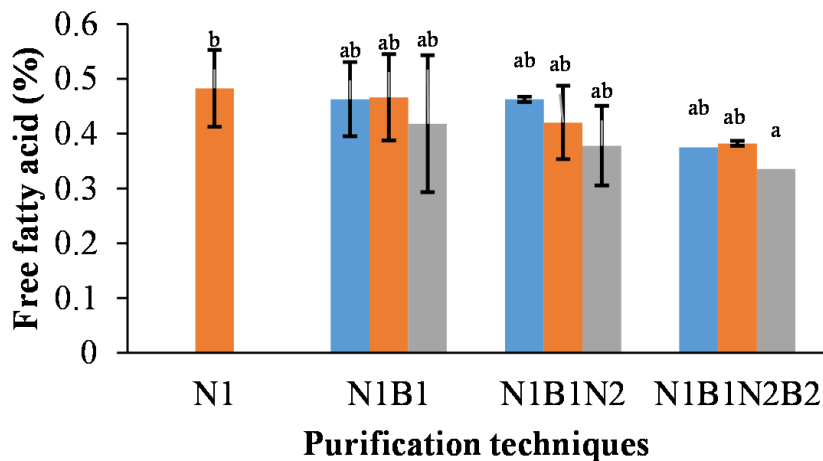


Figure 4 Free fatty acids of refined tuna eye oil; N1 (neutralization 1); N1B1 (neutralization 1+bleaching 1); N1B1N2 (neutralization 1+bleaching 1+neutralization 2); N1B1N2B2 (neutralization 1+bleaching 1+neutralization 2+bleaching 2); (■) activated alumina adsorbent); (■) activated charcoal adsorbent; (■) magnesol XL adsorbent; Different superscript letters are significantly different ($p < 0,05$)

Gambar 4 Asam lemak bebas minyak mata tuna hasil pemurnian. N1 (netralisasi 1); N1B1 (netralisasi 1+*bleaching* 1); N1B1N2 (netralisasi 1+*bleaching* 1+ netralisasi 2); N1B1N2B2 (netralisasi 1+*bleaching* 1+ netralisasi 2+*bleaching* 2); (■) adsorben alumina aktif; (■) adsorben karbon aktif; (■) adsorben magnesol XL; Huruf superskrip yang berbeda menandakan nilai yang berbeda nyata ($p < 0,05$)

standar Codex 329-2017 tentang *fish oil standard* (<3 KOH/g). *Figure 4* menunjukkan penurunan bilangan asam tertinggi tercatat pada perlakuan N1B1N2B2 menggunakan adsorben magnesol sebesar 82,77% dan bilangan asam $0,36 \pm 0,08$ KOH/g. Perbedaan tingkatan pemurnian menghasilkan perbedaan yang signifikan ($p < 0,05$) antara netralisasi (N1) dengan N1B1N2B2 terhadap bilangan asam. Bilangan asam merupakan ukuran jumlah asam lemak bebas dan dihitung berdasarkan berat molekul asam lemak atau campuran asam lemak. Nilai asam tersebut sejalan dengan kandungan asam lemak bebas. Nilai asam akan lebih tinggi seiring dengan persentase asam lemak bebas dalam minyak (Suseno *et al.*, 2017).

Bilangan peroksida

Bilangan peroksida adalah indikator primer oksidasi pada minyak. Tingkat oksidasi merupakan parameter kualitas minyak ikan. Semakin tinggi tingkat oksidasi maka kualitas minyak ikan semakin rendah. Bilangan peroksida minyak hasil pemurnian dapat dilihat pada *Figure 6*.

Figure 6 menunjukkan bahwa perbedaan tingkat ekstraksi, perbedaan jenis adsorben, dan interaksi faktor tingkat ekstraksi dengan jenis adsorben berpengaruh signifikan terhadap bilangan peroksida ($p < 0,05$). Bilangan peroksida minyak pada netralisasi 1 (N1) sebesar $68,23 \pm 1,47$ meq/kg. Bilangan peroksida terendah dicapai pada perlakuan N1B1N2B2 menggunakan adsorben magnesol, yakni $27,98 \pm 1,74$ meq/kg dengan penurunannya sebesar 67,93%. Hasil pemurnian meskipun terjadi penurunan bilangan peroksida yang signifikan, namun belum mencapai standar Codex 329-2017 tentang *fish oil standard* ($<5,0$ meq/kg). Kombinasi pemurnian netralisasi dan *bleaching* menggunakan magnesol juga menghasilkan bilangan peroksida terendah, yakni $1,08 \pm 0,08$ meq/kg (Bija *et al.* 2017). Hal ini kemungkinan disebabkan oleh kualitas awal minyak mata tuna yang sudah mengalami penurunan mutu akibat penyimpanan yang lama dan oksidasi berulang. Karakteristik minyak mata tuna yang didominasi oleh asam lemak tak jenuh majemuk (PUFA) dapat memengaruhi hasil pemurnian (Mazrouh,

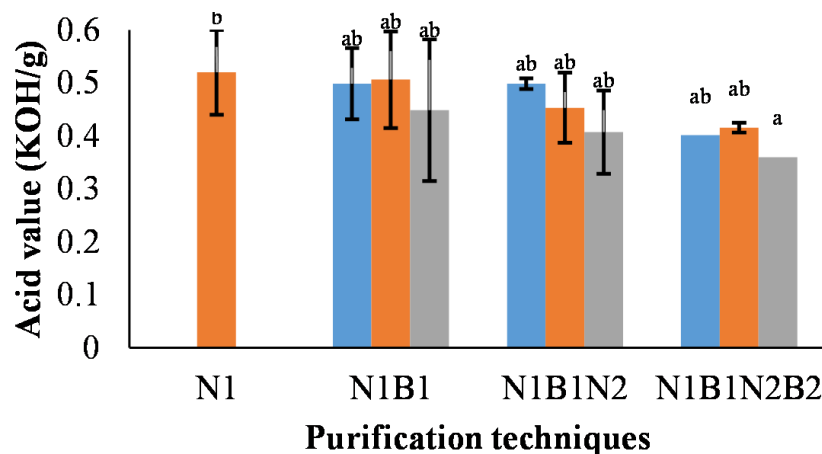


Figure 5 Acid value of refined tuna eye oil; N1 (neutralization 1); N1B1 (neutralization 1+bleaching 1); N1B1N2 (neutralization 1+bleaching 1+neutralization 2); N1B1N2B2 (neutralization 1+bleaching 1+neutralization 2+bleaching 2); (■) activated alumina adsorbent); (■) activated charcoal adsorbent; (■) magnesol XL adsorbent; Different superscript letters are significantly different ($p < 0,05$)

Gambar 5 Bilangan asam minyak mata tuna hasil pemurnian. N1 (netralisasi 1); N1B1 (netralisasi 1+bleaching 1); N1B1N2 (netralisasi 1+bleaching 1+ netralisasi 2); N1B1N2B2 (netralisasi 1+bleaching 1+ netralisasi 2+bleaching 2); (■) adsorben alumina aktif; (■) adsorben karbon aktif; (■) adsorben magnesol XL; Huruf superskrip yang berbeda menandakan nilai yang berbeda nyata ($p < 0,05$)

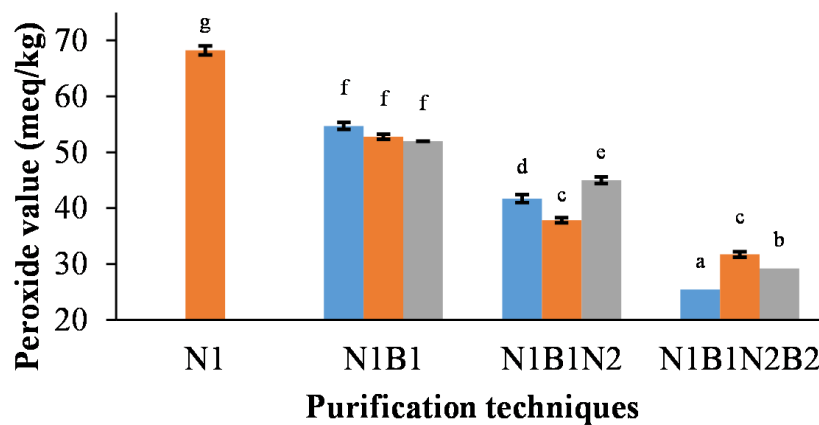


Figure 6 Peroxide value of refined tuna eye oil; N1 (neutralization 1); N1B1 (neutralization 1+bleaching 1); N1B1N2 (neutralization 1+bleaching 1+neutralization 2); N1B1N2B2 (neutralization 1+bleaching 1+neutralization 2+bleaching 2); (■) activated alumina adsorbent; (■) activated charcoal adsorbent; (■) magnesol XL adsorbent; Different superscript letters are significantly different ($p < 0,05$)

Gambar 6 Bilangan peroksida minyak mata tuna hasil pemurnian. N1 (netralisasi 1); N1B1 (netralisasi 1+bleaching 1); N1B1N2 (netralisasi 1+bleaching 1+ netralisasi 2); N1B1N2B2 (netralisasi 1+bleaching 1+ netralisasi 2+bleaching 2); (■) adsorben alumina aktif; (■) adsorben karbon aktif; (■) adsorben magnesol XL; Huruf superskrip yang berbeda menandakan nilai yang berbeda nyata ($p < 0,05$)

2015). Simat *et al.* (2019) menjelaskan bahwa faktor utama kemunduran mutu minyak ikan adalah persentase Omega-3 sehingga mempercepat proses lipolisis dan oksidasi pada minyak ikan.

Bilangan anisidin

Bilangan anisidin adalah indikator oksidasi sekunder minyak. Anisidin akan bereaksi dengan aldehida menghasilkan warna kuning sehingga dapat membentuk kromogen yang dapat diukur nilai absorbansinya pada spektrofotometer dengan panjang gelombang 350 nm (Viau *et al.*, 2016). Adapun bilangan anisidin minyak mata tuna hasil pemurnian dapat dilihat pada *Figure 7*.

Bilangan anisidin minyak mata tuna pada perlakuan N1 $50,11 \pm 2,13$ meq/kg, terjadi penurunan sebesar 50,06% menjadi $32,01 \pm 0,77$ meq/kg pada perlakuan N1B1N2b. Penurunan bilangan anisidin berlanjut secara bertahap hingga mencapai nilai terendah sebesar $21,27 \pm 0,03$ meq/kg pada perlakuan N1B1N2B2 menggunakan adsorben magnesol dengan penurunan total 66,81%, sedangkan untuk adsorben alumina aktif dan arang aktif masing-masing sebesar 56,85% dan 53,79%.

Adsorben merupakan material atau zat kimia yang mampu menarik dan mengikat molekul atau partikel lain melalui proses yang disebut adsorpsi (Sun *et al.* 2019). Alumina aktif merupakan bentuk aluminium oksida berpori dengan afinitas kuat untuk menjerap molekul pengotor yang bersifat polar (air, bilangan peroksida) (Wang *et al.*, 2021). Arang aktif adalah bentuk karbon yang telah diproses untuk menghasilkan luas permukaan tinggi dan memiliki pori yang banyak dan berguna dalam menjerap komponen pewarna, bau, dan senyawa organik minyak ikan (Suseno *et al.*, 2016). Magnesol XL merupakan magnesium silikat yang biasanya diaplikasikan dalam industri makanan untuk menghilangkan asam lemak bebas (FFA), sabun dan kotoran polar (air, bilangan peroksida) minyak (Sun *et al.*, 2019).

Hasil penelitian menunjukkan bahwa pemurnian minyak mata tuna menggunakan kombinasi tingkat ekstraksi dan jenis adsorben yang tepat mampu mengurangi kandungan bilangan anisidin secara signifikan. Hasil uji signifikansi ($p < 0,05$) menunjukkan bahwa faktor perbedaan tingkat ekstraksi, perbedaan jenis adsorben,

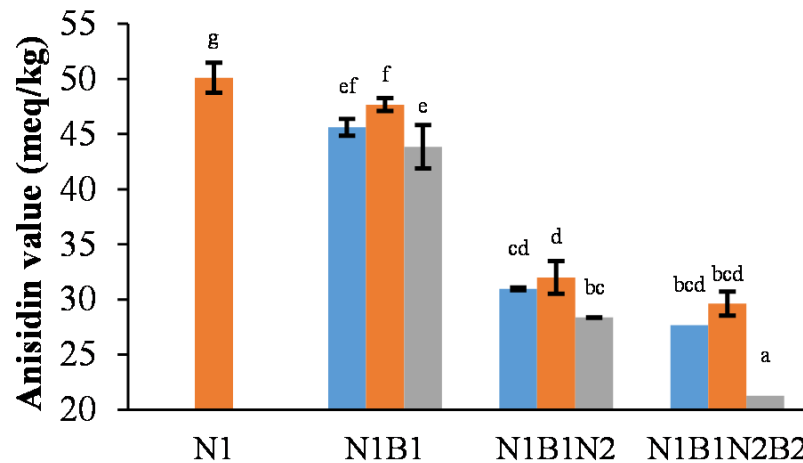


Figure 7 Anisidin value of refined tuna eye oil; N1 (neutralization 1); N1B1 (neutralization 1+bleaching 1); N1B1N2 (neutralization 1+bleaching 1+neutralization 2); N1B1N2B2 (neutralization 1+bleaching 1+neutralization 2+bleaching 2); (■) activated alumina adsorbent; (■) activated charcoal adsorbent; (■) magnesol XL adsorbent; Different superscript letters are significantly different ($p < 0,05$)

Gambar 7 Bilangan anisidin minyak mata tuna hasil pemurnian. N1 (netralisasi 1); N1B1 (netralisasi 1+bleaching 1); N1B1N2 (netralisasi 1+bleaching 1+ netralisasi 2); N1B1N2B2 (netralisasi 1+bleaching 1+ netralisasi 2+bleaching 2); (■) adsorben alumina aktif; (■) adsorben karbon aktif; (■) adsorben magnesol XL; Huruf superskrip yang berbeda menandakan nilai yang berbeda nyata ($p < 0,05$)

dan interaksi antara kedua faktor tersebut berpengaruh secara signifikan terhadap bilangan anisidin. Tandewi & Hambali (2022) menyatakan bahwa pemurnian minyak hasil penepungan dengan perbedaan konsentrasi dan jenis adsorben berpengaruh secara nyata ($p < 0,05$) terhadap nilai anisidin yang dihasilkan. Suseno *et al.* (2017) melaporkan bahwa pemurnian minyak sardine dengan perlakuan perbedaan konsentrasi magnesol menghasilkan perlakuan terbaik pada konsentrasi 5%, serta mampu mengeliminasi bilangan anisidin mencapai 77% dari nilai awal. Simat *et al.* (2019) menyatakan bahwa terdapat perbedaan yang signifikan antar tingkatan pemurnian *by product* dan hati minyak tuna. Kandungan asam lemak tak jenuh yang tinggi memengaruhi peningkatan nilai anisidin dalam minyak ikan yang bereaksi terhadap oksigen, cahaya dan panas selama proses pemurnian, penyimpanan dan pengujian, serta membentuk aldehida, keton dan turunannya (Tandewi & Hambali 2022). Nilai anisidin tidak selalu berbanding lurus dengan tingginya bilangan peroksida yang diperoleh. Jumlah peroksida yang tinggi akan menyebabkan jumlah anisidin yang tinggi

jika proses yang diberikan memungkinkan degradasi lebih lanjut (Viau *et al.*, 2016).

Total oksidasi (TOTOX)

Total oksidasi (TOTOX) merupakan gabungan oksidasi primer dan sekunder pada minyak. Nilai TOTOX didapatkan dari penjumlahan dua kali nilai peroksida dengan bilangan peroksida (Bekdes *et al.*, 2022). Total oksidasi hasil pemurnian minyak mata tuna dapat dilihat pada *Figure 8*.

Berdasarkan *Figure 8* nilai TOTOX minyak mata tuna pada N1 adalah $186 \pm 4,80$ meq/kg kemudian menurun dan terendah $79,60 \pm 1,70$ meq/kg pada perlakuan N1B1N2B2 dengan adsorben magnesol dan alumina aktif. Simat *et al.* (2019) menyatakan bahwa pemurnian minyak dari *by-product* dan hati tuna menggunakan berbagai metode (*degumming*, netralisasi, kemudian *bleaching*) terjadi penurunan TOTOX yang signifikan ($p < 0,05$) pada setiap tahapan pemurniannya. Wang *et al.* (2021) menyatakan bahwa perbedaan jenis adsorben memengaruhi kualitas minyak yang dihasilkan. Magnesol XL merupakan salah satu adsorben yang telah terbukti efektif di antara adsorben lain

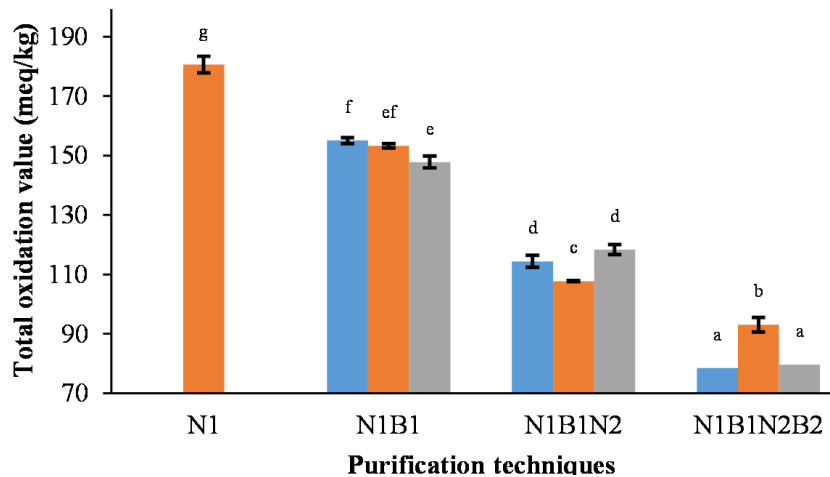


Figure 8 Total oxidation value of refined tuna eye oil; N1 (neutralization 1); N1B1 (neutralization 1+bleaching 1); N1B1N2 (neutralization 1+bleaching 1+neutralization 2); N1B1N2B2 (neutralization 1+bleaching 1+neutralization 2+bleaching 2); (■) activated alumina adsorbent; (■) activated charcoal adsorbent; (■) magnesol XL adsorbent; Different superscript letters are significantly different ($p < 0,05$)

Gambar 8 Total oksidasi minyak mata tuna hasil pemurnian. N1 (netralisasi 1); N1B1 (netralisasi 1+bleaching 1); N1B1N2 (netralisasi 1+bleaching 1+ netralisasi 2); N1B1N2B2 (netralisasi 1+bleaching 1+ netralisasi 2+bleaching 2); (■) adsorben alumina aktif; (■) adsorben karbon aktif; (■) adsorben magnesol XL; Huruf superskrip yang berbeda menandakan nilai yang berbeda nyata ($p < 0,05$)

dalam menghilangkan senyawa oksidatif dan komponen organik lainnya. Magnesol memiliki kemampuan yang baik dalam mengadsorpsi air limbah tercemar dan pigmen warna melalui mekanisme ikatan ion pada permukaan adsorben dan gaya van der Waals (Chew & Nyam, 2019). Magnesol juga memiliki keunggulan mudah dalam pengaplikasian, harga yang terjangkau, serta ketersediaannya yang melimpah (Suseno *et al.*, 2016). Magnesol XL konsentrasi 5% mampu mengeliminasi TOTOX mencapai 73% (Suseno *et al.*, 2017).

KESIMPULAN

Perlakuan pemurnian terbaik yaitu proses dengan tahapan netralisasi, *bleaching*, netralisasi, *bleaching* menggunakan magnesol XL 5%. Proses ini berhasil secara signifikan mengeliminasi komponen pengotor (asam lemak bebas-FFA, bilangan asam, bilangan peroksida, bilangan anisidin, dan total oksidasi-TOTOX) mencapai 50-80% dari nilai awal.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih kepada Kementerian Keuangan melalui program LPDP Riset Inovatif Produktif (RISPRO) yang diketuai oleh Dr. Ir. Wini Trilaksani, M.Sc dengan judul riset “Vita *Virgin* DHA: Produk *Virgin Fish Oil* Kaya DHA untuk Pangan Kesehatan dan Kecerdasan” sehingga penelitian ini dapat terlaksana. Adapun nomor kontrak hibah riset ini adalah “LPDP: 14/PRJ/2020”.

DAFTAR PUSTAKA

- American Oil Chemists Society. (1998). Free Fatty Acids. In: Official Methods and Recommended Practices of the American Oil Chemists Society.
- Association of Official Analytical Chemist. (2005). Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical of Chemist.
- American Oil Chemists Society. (1997). Official Methods and Recommended Practices of AOCS International.
- Badan Penelitian dan Pengembangan Kesehatan. (2018). Riset Kesehatan

- Dasar (Riskesdas).
- Bekdes, B., Bener, M., & Yavuz, E. N. (2022). Determination of primary and secondary oxidation products in vegetable oils with gold nanoparticle based fluorometric turn-on nanosensor : a new total oxidation value. *Journal Food Chemistry*. 434. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2023.137426>
- Bija, S., Suseno, S. H., & Uju. (2017). Pemurnian minyak ikan sardine dengan tahapan degumming dan netralisasi. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 20(1), 143–152. <https://doi.org/10.17844/jphpi.v23i1.30888>
- Badan Standardisasi Nasional. (2013). Ikan Segar. SNI 2729:2013.
- Chew S. C., & Nyam, K. L. (2019). Refining of edible oils. Elsevier Inc.
- Damodaran, S., & Parkin, K. L. (2017). Fennema's Food Chemistry (5th ed., pp. 171-234). CRC Press.
- European Food Safety Authority (EFSA). (2016). Scientific opinion on dietary reference values for fats, including saturated fatty acids, polyunsaturated fatty acids, monounsaturated fatty acids, trans fatty acids, and cholesterol. *EFSA Journal*, 8(3), 1–107. <https://doi.org/10.2903/j.efsa.2010.1461>
- Fernández-Lucas, J., Castañeda, D., Hormigo, D. (2017). New trends for a classical enzyme: Papain, a biotechnological success story in the food industry. *Trends Food Scientific Technology*. 68(2017), 91–101. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2017.08.017>
- García-Moreno, P. J., Guadix, A., Gomez-Robledo, L., Melgosa, M., & Guadix, E.M. (2013). Optimization of bleaching conditions for sardine oil. *Journal of Food Engineering*, 116(2), 606–612. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2012.12.040>
- Ghaly, A. E., & Ramakhrisman, V. (2013). Extraction of Oil from mackerel fish processing waste using alcalase enzyme. *Enzyme Engineering*, 2(2), 1-10. <https://doi.org/10.4172/2329-6674.1000115>
- Icyer, N. C., & Durak, M. Z. (2018). Ultrasound-assisted bleaching of canola oil: Improve the bleaching process by central composite design. *LWT*, 97(7), 640–647. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2018.07.030>
- Ilza M, Karnila R. (2021, September 10-11). Evaluation of nutritional value and quality of toddler biscuits during storage [Conference session]. The 9th International and National Seminar on Fisheries and Marine Science, Pekanbaru, Indonesia. IOP Conference Series. Earth Environmental Science. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/695/1/012049>
- International Union of Pure and Applied Chemistry. (1987). Standard methods for the analysis of oils and fats and derivatives. (6th ed.). Blackwell Scientific.
- Jacobsen, C., Nielsen, N. S., Horn, F. F., & Sørensen, A. D. M. (2013). Food enrichment with omega-3 fatty acids. (3rd ed., pp. 415-426). Woodhead Publishing.
- Kementerian Kelautan dan Perikanan. (2021). Data Impor Minyak Ikan.
- Lauritzen, L., Brambilla, P., Mazzocchi, A., Harsløf, L.B.S., Ciappolino, V., Agostoni, C. (2016). DHA effects in brain development and function. *Nutrients*. 8(1), 1–17. <https://doi.org/10.3390/nu8010006>
- Mazrouh, M. (2015). Effects of freezing storage on the biochemical composition in muscles of *Saurida undosquamis* (Richardson, 1848) comparing with imported frozen. *International Journal of Fisheries and Aquatic Studies*, 3(2), 295–299.
- Mohanty, B. P., Ganguly, S., Mahanty, A., Sankar, T. V., Anandan, R., Mohanty, B. P., Ganguly, S., Mahanty, A., Sankar, T. V., Anandan, R., Chakraborty, K., Paul, B. N., Sarma, D., Syama, D. J., & Venkateshwarlu, G., *et al.* (2016). DHA and EPA content and fatty acid profile of 39 food fishes from India. *Biomed Research International*, 2016, 1-14 . <https://doi.org/10.1155/2016/4027437>
- Monte, M. L., Monte M. L., Pohndorf, R.S., Crexi, V.T., & Pinto, L.A.A. (2015). Bleaching with blends of bleaching earth and activated carbon reduces color and oxidation products of carp oil.

- European Journal of Lipid Science and Technology*, 117(6), 829–836. <https://doi.org/10.1002/ejlt.201400223>
- Nadia A, Subekti S, Manan A, Wahyudin P. (2020, September 26). The effectiveness of activated carbon as adsorbent in the oil purification process fish by-product of the fish canning industry [Conference session]. 2nd International Conference on Fisheries and Marine, Surabaya, Indonesia. IOP Conference Series: Earth Environmental Science. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/441/1/012151>
- Renuka, V., Anandan, R., Suseela, M., Ravishankar, C. N., & Sivaraman, G. K. (2016). Fatty acid profile of yellowfin tuna eye (*Thunnus albacares*) and oil sardine muscle (*Sardinella longiceps*). *Fisheries Technology*, 53(2), 151–154.
- Riyanto, B., Trilaksana, W., & Azzahra, V. A. (2020). Desain pangan instan gizi khusus lansia berbasis binte biluhuta diperkaya nanomineral tulang ikan. *Jurnal Fishtech*, 9(2), 65-77.
- Riyanto, B., Sinulingga, F., Trilaksana, W., Fauziah, S., Krisnawan, W. V., Fitriadiansyah, L. O., & Rahmat, M. Z. (2021). Formulasi pangan darurat cookies dengan pengkayaan tepung ikan lele dan minyak ikan mata tuna. *Jurnal Teknologi Perikanan dan Kelautan*, 12(2), 175-181.
- Šimat, V., Vlahovic, J., Soldo, B., Skroza, D., Ljubenkovic, I., & Mekinac, I.G. (2019). Production and refinement of omega-3 rich oils from processing by-products of farmed fish species. *Foods*, 8(4), 125-139.
- Sun, Z., Srinivasakannan, C., Liang, J., & Duan, X. (2019). Preparation of hierarchical magnesium silicate with excellent adsorption capacity. *Ceramics International*, 45(4), 4590–4595. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.11.146>
- Suseno, S. H., Jacob, A. M., Bija, S., Hulu, D. P. C., & Fitriana, N. (2016). Active and passive filter combination in scale up purification of sardine fishmeal oil by-product. *Oriental Journal of Chemistry*, 32(4), 2125–2130. <https://doi.org/10.13005/ojc/320441>
- Suseno, S. H., Sintoko, E. D. P., Jacob, A. M., & Fitriana, N. (2017). Sardine oil purification with winterization. *Oriental Journal of Chemistry*, 33(6), 3150–3159.
- Tandewi, S. A. M. S., & Hambali, E. (2021, Agustus 10-11). Refining of Fish oil from fish meal processing by-product using zeolite and bleaching earth [Conference session]. International Conference of Biomass and Bioenergy 2020, Bogor, Indonesia. IOP Conference Series: Earth and Environmental Science. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/1034/1/012050>
- Trilaksana, W., Riyanto, B., Azzahra, F., Santoso, J., & Tarman, K. (2020, September 09-11). Recovery of tuna virgin fish oil and formulation as a product model of emulsion food supplement [Conference session]. The World Seafood Congress 2019; Seafood Supply Chains of the Future: Innovation, Responsibility, Sustainability, Penang, Malaysia. IOP Conference Series: Earth Environmental Science. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/414/1/012027>
- Trilaksana, W., Riyanto, B., Nurhayati, T., Santoso, J., Abi, I., & Kurniawan, H. (2021). Integrasi sentrifugasi suhu rendah dengan optimasi ekstraksi enzimatis minyak mata tuna menggunakan response surface methodology. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 24(3), 395-406. <https://doi.org/10.17844/jphpi.v24i3.36652>
- Trilaksana, W., Riyanto, B., Ramadhan, W., Sinulingga, F., & Fauziah, S. (2023). The characteristics of PUFAs-rich virgin fish oil as affected by size of tuna eye. *Biodiversitas Journal of Biological Diversity*. 24(12), 6545-6556. <https://doi.org/10.13057/biodiv/d241216>
- Viau, M., Genot, C., Ribourg, L., Meynier, A. (2016). Amounts of the reactive aldehydes, malonaldehyde, 4-hydroxy-2-hexenal, and 4-hydroxy-2-nonenal in fresh and oxidized edible oils do not necessarily reflect their peroxide and anisidine values. *European Journal of Lipid Science and Technology*. 118(3), 435–444. <https://doi.org/10.1002/ejlt.201500103>

Wang, X., Wen, Y., Bi, S., Li, Z., Xue, Y., Xue, C., & Jiang, X. (2021). Bleaching with the mixed adsorbents of activated earth and activated alumina to reduce color

and oxidation products of anchovy oil. *Jurnal Ocean University China*, 20(5), 1167–1174. <https://doi.org/10.1007/s11802-021-4732-1>