

## EFEKTIVITAS METODE KRISTALISASI SUHU RENDAH DAN UREA DALAM PEMBUATAN KONSENTRAT OMEGA-3 IKAN TUNA (*Thunnus sp.*)

**Sugeng Heri Suseno\*, Wahyu Ramadhan, Ida Ayu Iska Rakhmawati,  
Aulia Shofia Rahmatu Marhamah, Hafshah Aqidatun Salimah**

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

Diterima: 4 Juni 2024/Disetujui: 24 Oktober 2024

\*Korespondensi: shsuseno@apps.ipb.ac.id

**Cara sitasi (APA Style 7<sup>th</sup>):** Suseno, S. H., Ramadhan, W., Rakhmawati, I. A. I., Marhamah, A. S. R., & Salimah, H. A. (2024). Efektivitas metode kristalisasi suhu rendah dan urea dalam pembuatan konsentrat omega-3 ikan tuna (*Thunnus sp.*). *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 27(10), 975-989. <http://dx.doi.org/10.17844/jphpi.v27i10.56007>

### Abstrak

Permintaan minyak ikan di Indonesia mengalami peningkatan, namun produksinya masih belum dapat terpenuhi. Minyak ikan yang beredar di pasaran masih dalam bentuk minyak ikan murni yang kurang baik bagi kesehatan karena mengandung asam lemak jenuh yang tinggi. Maka dari itu minyak ikan berpotensi dikembangkan menjadi konsentrat omega-3 dengan menghilangkan komponen selain omega-3 yang kurang baik bagi kesehatan. Metode pengembangan produk minyak ikan berupa konsentrat omega-3 dengan metode kristalisasi suhu rendah dan kristalisasi urea yang ada saat ini masih belum optimal. Oleh karena itu, penelitian bertujuan mengevaluasi metode kristalisasi suhu rendah dan kristalisasi urea melalui parameter bilangan iod dan peningkatan total asam lemak omega-3 dalam pembuatan konsentrat omega-3 ikan tuna. Metode kristalisasi urea menghasilkan kualitas konsentrat omega-3 yang lebih baik dibandingkan metode kristalisasi suhu rendah. Metode kristalisasi urea rasio 2:1 mampu meningkatkan proporsi unsaturated fatty acid terhadap satu-rated fatty acid konsentrat omega-3 sebesar 25,17:1. Pengujian dengan metode kristalisasi urea rasio 2:1 memiliki nilai bilangan iod  $495,89 \pm 70,45\%$  serta mengalami peningkatan total asam lemak omega-3 sebesar 316,34% atau setara dengan 4,16 kali lebih tinggi dari minyak kasar.

Kata kunci: asam lemak, bilangan iod, minyak ikan, *saturated fatty acid*, *unsaturated fatty acid*

## Effectiveness of Low Temperature Crystallization and Urea Methods in Manufacturing Omega-3 Concentrate from Tuna (*Thunnus sp.*)

### Abstract

The demand for fish oil in Indonesia has increased; however, its production has not yet been met. Fish oil circulating in the market is still in the form of pure fish oil, which is not good for health because it contains high levels of saturated fatty acids. Therefore, fish oil has the potential to be developed into an omega-3 concentrate by removing components other than omega-3 that are not beneficial for health. The method of developing fish oil products in the form of omega-3 concentrates using low-temperature and urea crystallization methods is still not optimal. Therefore, this study aimed to evaluate the low-temperature crystallization and urea crystallization methods using the iodine number parameter and the increase in total omega-3 fatty acids in the production of tuna fish omega-3 concentrate. The urea crystallization method produces a better-quality omega-3 concentrate compared to the low-temperature crystallization method. The urea crystallization method with a 2:1 ratio can increase the proportion of unsaturated fatty acids to saturated fatty acids in the omega-3 concentrate by 25.17:1. Testing with the urea crystallization method at a 2:1 ratio has an iodine number of  $495.89 \pm 70.45\%$  and an increase in total omega-3 fatty acids of 316.34%, equivalent to 4.16 times higher than crude oil.

Keywords: fatty acids, fish oil, iodine number, saturated fatty acid, unsaturated fatty acid

## PENDAHULUAN

Minyak ikan khususnya yang berasal dari ikan air laut mengandung omega-3 yang lebih tinggi dibandingkan dari ikan air tawar. Omega-3 tersebut kaya akan *eicosapentaenoic acid* (EPA) dan *docosahexaenoic acid* (DHA) yang penting bagi kesehatan fisik maupun mental, serta berperan dalam perkembangan janin, peningkatan fungsi kognitif otak, hingga pencegahan penyakit kardiovaskular (Ciriminna *et al.*, 2017). Kebutuhan minyak ikan Indonesia cukup tinggi, hal ini ditunjukkan oleh volume impor minyak ikan pada tahun 2021 mencapai 13.777 ribu ton kemudian meningkat pada tahun 2022 menjadi 15.700 ribu ton (Kementerian Kelautan dan Perikanan [KKP], 2022). Data tersebut menunjukkan bahwa permintaan minyak ikan di Indonesia mengalami peningkatan sedangkan produksinya masih belum mencukupi. Peningkatan tersebut diduga karena masyarakat mulai menyadari akan pentingnya minyak ikan bagi kesehatan. Namun, minyak ikan yang beredar di pasaran masih dalam bentuk minyak yang banyak mengandung asam lemak jenuh yang apabila dikonsumsi berlebih dapat memicu penyakit kardiovaskuler, obesitas dan diabetes (Islam *et al.*, 2019). Permasalahan tersebut dapat diatasi dengan mengembangkan minyak ikan menjadi konsentrasi omega-3. Minyak ikan dalam bentuk konsentrasi omega-3 dari segi kesehatan lebih baik dikonsumsi dibandingkan dengan minyak ikan. Konsumsi konsentrasi omega-3 juga telah terbukti sebagai antiinflamasi yang efektif dalam melawan peradangan (Giacobbe *et al.*, 2020).

Omega-3 banyak ditemukan pada ikan family *Scombroidae*, *Clupeidae*, dan *Salmonidae*. Kandungan EPA dan DHA minyak ikan tuna pada minyak ikan hasil industri tuna yang belum dilakukan pemurnian yaitu 4,25% dan 24,18% (Suseno, 2015), pada minyak hasil samping penepungan tuna sebesar 8,68% dan 27,76% (Estiasih *et al.*, 2009) serta 4,80% dan 22,40% (Howe *et al.*, 2002), pada minyak ikan dari kepala ikan tuna sebesar 4,85% dan 27,33% (Apituley *et al.*, 2019), pada minyak ikan cakalang 4,74% dan 35,66% (Renuka *et al.*, 2016) serta pada

minyak ikan tuna (*Thunnus thynnus*) sebesar 4,70% dan 36,30% (Visentainer *et al.*, 2007).

Minyak ikan ditemukan pada bagian tubuh ikan yaitu hati, badan, kepala dan mata. Minyak ikan yang diproduksi di Indonesia biasanya diperoleh dari hasil samping industri pengalengan, penepungan, dan surimi. Minyak ikan yang dihasilkan hanya digunakan sebagai tambahan pada pakan ternak karena belum memenuhi standar mutu minyak ikan sebagai pangan (Maulana *et al.*, 2014). Oleh karena itu kualitas minyak ikan perlu ditingkatkan melalui proses pemurnian yang meliputi tahap netralisasi, *degumming*, dan *bleaching* menggunakan magnesol XL (Suseno *et al.*, 2020). Peningkatan kualitas menggunakan beberapa metode tersebut akan memisahkan pengotor serta menurunkan nilai oksidasi dari minyak ikan (Suseno *et al.*, 2016). Metode ekstraksi minyak ikan akan sangat berpengaruh terhadap kualitas omega-3 yang dihasilkan.

Prinsip pembuatan konsentrasi omega-3, yaitu memekatkan omega-3 dari minyak ikan dengan cara menghilangkan komponen selain asam lemak omega-3 yang tidak diinginkan yaitu kolesterol dan asam lemak jenuh (Suriani *et al.*, 2014). Produksi konsentrasi omega-3 dapat dilakukan dengan beberapa metode, yaitu kristalisasi urea, ekstraksi cairan super kritis, kristalisasi suhu rendah, distilasi molekul, dan enzimatis menggunakan lipase (Homayooni *et al.*, 2014). Teknik kristalisasi urea memiliki kelebihan yaitu proses yang lebih cepat dan efisien serta tidak harus dilakukan pada suhu rendah yang memerlukan kristalisasi perlarut asam lemak (Suriani *et al.*, 2014). Metode pembuatan konsentrasi omega-3 dengan kristalisasi urea lebih baik digunakan dibandingkan dengan metode kristalisasi suhu rendah. Hal ini disebabkan oleh penggunaan peralatan yang lebih sederhana dan biaya yang lebih efisien dalam mendapatkan konsentrasi omega-3 dalam jumlah besar. Penggunaan suhu rendah pada teknik kristalisasi suhu rendah dilakukan untuk memperoleh asam lemak omega-3 melalui kondisi dingin sehingga mutu minyak tetap terjaga. Metode kristalisasi urea dan suhu rendah memiliki prinsip pemisahan

asam lemak dengan perbedaan karakteristik. Prinsip perbedaan tersebut diduga akan menghasilkan kualitas konsentrat omega-3 yang berbeda. Metode kristalisasi suhu rendah melakukan pemisahan asam lemak berdasarkan karakteristik fisiknya. Metode suhu rendah memiliki kelebihan, yaitu ramah lingkungan karena menggunakan teknik suhu rendah, tetapi kelemahannya yaitu mahal dan memerlukan energi yang tinggi (Pratiwi, 2021). Metode kristalisasi urea kompleks yaitu lebih murah dan hasilnya lebih efisien, tetapi tidak ramah lingkungan karena adanya penggunaan bahan kimia. Penelitian sebelumnya mengenai pembuatan konsentrat omega-3 dari minyak ikan tuna menggunakan metode kristalisasi suhu rendah menunjukkan bahwa konsentrat omega-3 dengan rasio pelarut: minyak 5:1 (v/v) merupakan perlakuan terbaik yang mengalami peningkatan total asam lemak omega-3 sebesar 1,75 kali lebih besar dari minyak kasar (Raharjo, 2022). Hasil penelitian Estiasih (2010), mengenai pembuatan konsentrat omega 3 dari minyak ikan lemuru menggunakan metode kristalisasi urea memperoleh hasil bahwa rasio urea: asam lemak sebesar 2,59:1 merupakan kondisi yang paling optimum dan dapat menaikkan kadar total EPA dan DHA sebesar 2,61 kali. Kristalisasi yang menggunakan urea pada sampel hasil samping pengalengan tuna dari penelitian Suriani *et al.* (2014) dapat meningkatkan PUFA dari 27,64% menjadi 70,88%, asam lemak omega-3 dari 25,91% menjadi 70,05%, kadar EPA dari 4,61% menjadi 9,87%, DHA dari 21,38% menjadi 59,68%, dan jumlah EPA+DHA dari 25,54% menjadi 69,55%. Hasil konsentrat omega-3 menggunakan kedua metode tersebut dipengaruhi oleh rasio pelarut: asam lemak, lama kristalisasi, dan suhu kristalisasi. Metode yang digunakan pada penelitian ini, yaitu membandingkan antara hasil menggunakan metode kristalisasi suhu rendah dan kristalisasi urea pada minyak ikan tuna. Oleh karena itu, tujuan dari penelitian ini adalah mengevaluasi metode kristalisasi suhu rendah dan kristalisasi urea pada minyak ikan tuna melalui parameter bilangan iod dan peningkatan total asam lemak omega-3.

## BAHAN DAN METODE

Prosedur kerja penelitian dilakukan lima tahapan. Tahap pertama, yaitu karakterisasi minyak ikan tuna kasar. Sampel minyak kasar ikan tuna yang diperoleh dari hasil samping pengalengan di UD Samudra Kencana Bali. Tahap kedua, yaitu pemurnian minyak ikan tuna dengan *bleaching* dan neutralisasi (Suseno *et al.*, 2021; Bija *et al.*, 2017). Tahap ketiga, yaitu transesterifikasi menggunakan katalis NaOH (Yulianto *et al.*, 2022). Tahap keempat, yaitu pembuatan konsentrat omega 3 dari minyak ikan tuna hasil dari transesterifikasi dengan metode kristalisasi suhu rendah yaitu -80°C (Raharjo, 2022). Tahap terakhir, yaitu dilanjutkan dengan pembuatan konsentrat omega-3 minyak ikan tuna hasil dari transesterifikasi dengan metode kristalisasi urea (Estiasih *et al.*, 2009; Chamidah & Wicaksono, 2021).

Kualitas dan mutu minyak ikan dapat ditentukan dengan beberapa analisis pengujian, yaitu profil asam lemak (AOAC 2012), kadar asam lemak bebas (FFA) (Badan Standar Nasional [BSN], 2018), bilangan asam (AV) (AOCS 1998), bilangan peroksida (PV) (SNI 8392-2:2018), bilangan p-anisidin (AnV) (BSN, 2018), total oksidasi (SNI 8467:2018), rendemen, dan analisis bilangan iod dengan metode Wijis (AOAC 2005).

## Analisis Profil Asam Lemak (AOAC 2012)

Analisis asam lemak dilakukan melalui beberapa tahapan yaitu ekstraksi lemak, pembentukan metil ester (metilasi), injeksi, dan identifikasi kromatogram hasil analisis. Analisis kuantitatif asam lemak dihitung dengan rumus:

$$\text{Asam lemak}(\%) = \frac{\frac{Ax}{As} \times C \text{ standar} \times \frac{V_{\text{contoh}}}{100}}{\text{Bobot contoh (g)}} \times 100$$

Keterangan:

- |           |                       |
|-----------|-----------------------|
| Ax        | = luas area sampel    |
| As        | = luas area standar   |
| C standar | = konsentrasi standar |
| V contoh  | = volume contoh       |

## Analisis Asam Lemak Bebas (BSN, 2018)

Minyak ikan 2-2,5 g dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL kemudian ditambah 25 mL alkohol 95%. Minyak dipanaskan dalam penangas air selama 10 menit sambil diaduk. Setelah dingin, campuran tersebut ditetesi indikator PP (fenolftalein) 2 mL. Campuran tersebut dikocok dan dititrasi dengan KOH 0,1 N hingga timbul warna merah muda yang tidak hilang dalam 10 detik. Persentase asam lemak bebas dihitung berdasarkan persamaan berikut:

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

Keterangan:

FFA = asam lemak bebas(%)

A = jumlah titrasi KOH (mL)

N = normalitas larutan KOH

M = bobot molekul DHA (328,48 g/mol)

## Analisis Bilangan Asam (AOCS 1998)

Penentuan bilangan asam dilakukan dengan titrasi KOH terhadap sampel yang menggunakan prinsip jumlah KOH yang diperlukan (mg) untuk menetralkan 1 g lemak. Bilangan asam mg KOH/g dihitung melalui rumus:

$$\text{Nilai asam} = \frac{V \times N \times 56,1}{G}$$

Keterangan:

V = jumlah titrasi KOH (mL)

N = normalitas KOH (0,1 N)

56,1 = berat molekul KOH

G = berat sampel (g)

## Analisis Bilangan Peroksida (BSN, 2018)

Sampel minyak ikan 2-2,5 g ditambahkan dengan 30 mL campuran larutan asam asetat glasial dan kloroform (3:2). Larutan ini kemudian ditambahkan dengan 0,5 mL larutan KI jenuh dan 30 mL akuades. Larutan pati 0,5 mL ditambahkan ke dalam larutan sehingga larutan berwarna biru kehitaman. Larutan ini kemudian dititrasi menggunakan larutan titran  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,01 N hingga tercapai titik ekuivalen yaitu

perubahan warna menjadi kuning jernih. Perhitungan nilai bilangan peroksida (PV), yaitu:

$$\text{Nilai peroksida} = \frac{A \times N \times 1.000}{\text{Bobot sampel (g)}}$$

Keterangan:

A = jumlah titrasi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  (mL)

N = normalitas  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  (N)

## Analisis Bilangan p-anisidin (BSN, 2018)

Analisis bilangan p-anisidin menggunakan larutan uji 1 dan larutan uji 2. Larutan uji 1 dibuat dengan cara melarutkan 1 g sampel ke dalam 25 mL isooctan. Larutan 2 dibuat dengan cara menambahkan 1 mL larutan p-anisidin (2,5 g/L) ke dalam 5 mL larutan uji 1. Larutan uji 1 kemudian diukur absorbansinya dengan spektrofotometer pada 350 nm dengan larutan referensi 1 sebagai larutan pembanding, begitu pula dengan larutan 2. Perhitungan nilai bilangan p-anisidin, yaitu:

$$\text{Bilangan p-anisidin} = \frac{25 \times (1,2A_2 - A_1)}{M}$$

Keterangan:

A<sub>1</sub> = adsorben larutan uji 1

A<sub>2</sub> = adsorben larutan uji 2

M = massa sampel yang digunakan pada larutan uji 1

## Analisis Total Oksidasi (BSN, 2018)

Total oksidasi dihitung dari nilai bilangan peroksida dan nilai bilangan p-anisidin. Nilai total oksidasi memiliki rumus sebagai berikut:

$$\text{Total oksidasi} = 2 \text{ Nilai peroksida} + \text{nilai p-anisidin}$$

## Rendemen Konsentrat Omega-3

Rendemen konsentrat omega-3 dihitung dengan mengukur berat konsentrat omega-3 dan dibandingkan dengan berat minyak etil ester. Perhitungan rendemen konsentrat omega-3 memiliki rumus sebagai berikut:

$$\text{Rendemen (\%)} = \frac{\text{Berat konsentrat omega-3}}{\text{Berat minyak etil ester}} \times 100\%$$

## Analisis Bilangan Iod (IV) dengan Metode Wijis (AOAC 2005)

Bilangan iod dilakukan dengan mengambil sampel 0,1-0,5 g dalam erlenmeyer bertutup, kemudian ditambahkan 20 mL kloroform dan 25 mL pereaksi Wijis, didiamkan selama 30 menit di ruang gelap sambil dikocok-kocok. Langkah selanjutnya ditambahkan 10 mL kalium iodida (KI) 15% dan erlenmeyer dibilas dengan 100 mL akuades. Titrasi dilakukan dengan natrium tiosulfat 0,1 N sampai warna berubah menjadi kuning muda, kemudian ditambahkan indikator kanji 1% dan titrasi lagi hingga warna biru tepat hilang. Analisis terhadap blangko dilakukan dengan cara yang sama, sampel diganti dengan akuades sebagai blangko. Perhitungan nilai bilangan iod sebagai berikut:

$$\text{Bilangan iod (\%)} = \frac{V \text{ titran (blangko-contoh)} \times N \times 12,69}{G}$$

Keterangan:

N : Normalitas natrium tiosulfat

G : Bobot sampel (g)

## Analisis Data

Analisis data dilakukan menggunakan program Microsoft Excel 365 dan Statistical Product and Service Solutions (SPSS) 22. Penelitian ini menggunakan rancangan percobaan rancangan acak lengkap (RAL) dengan perlakuan perbedaan rasio urea: asam lemak (v/b) pada metode kristalisasi urea sebanyak 7 taraf, yaitu A (2:1), B (2,25:1), C (2,5:1), D (2,75:1), E (3:1), F (3,25:1), dan G (3,5:1) dengan ulangan sebanyak 3 kali serta perlakuan perbedaan kondisi sampel minyak ikan pada metode kristalisasi suhu rendah sebanyak 2 taraf, yaitu minyak murni trigliserida dan minyak murni etil ester ikan tuna dengan ulangan sebanyak 3 kali. Minyak murni trigliserida dihasilkan dari tahap pemurnian minyak ikan dengan *bleaching* dan neutralisasi (Suseno *et al.*, 2021; Bija *et al.*, 2017). Minyak murni etil ester ikan tuna dihasilkan dari tahap transesterifikasi menggunakan katalis NaOH (Yulianto *et al.*, 2022). Analisis data yang tersebar normal dan homogen dianalisis menggunakan analisis sidik ragam

atau *Analysis of Variance* (ANOVA) pada selang kepercayaan 95% ( $\alpha=0,05$ ).

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Karakteristik Minyak Kasar Ikan Tuna

Bahan baku minyak kasar ikan tuna yang digunakan dalam pembuatan konsentrat omega-3 perlu dilakukan karakterisasi terlebih dahulu untuk mengetahui kualitas minyak kasar ikan tuna sebelum dilakukan pemurnian. Karakterisasi yang dilakukan, yaitu analisis profil asam lemak, FFA, bilangan asam (AV), bilangan peroksida (PV), nilai p-anisidin(p-Anv), total oksidasi, dan analisis bilangan iod. Karakterisasi tersebut bertujuan untuk mengetahui mutu bahan baku yang akan digunakan. Karakteristik minyak kasar ikan tuna yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan standar *Codex Alimentarius Commission* (CAC) tahun 2021. Karakteristik minyak kasar ikan tuna yang diperoleh dapat dilihat pada *Table 1*.

Berdasarkan *Table 1* parameter mutu minyak kasar ikan tuna belum memenuhi standar CAC tahun 2021 kecuali nilai bilangan p-anisidin. Hal ini karena bahan baku yang digunakan berasal dari hasil samping industri pengalengan yang menggunakan suhu tinggi dalam proses produksi. Nilai FFA minyak kasar ikan tuna yang diperoleh belum memenuhi standar CAC (2021) dan menunjukkan tingkat dekomposisi asam lemak melalui proses hidrolisis dan oksidasi. Semakin rendah nilai FFA maka semakin baik mutu minyak ikan. Nilai bilangan asam minyak kasar ikan tuna yang diperoleh berbanding lurus dengan nilai asam lemak bebas, karena bilangan asam diperoleh dengan mengalikan konstanta dengan nilai asam lemak bebas. Bilangan peroksida merupakan indikator pertama untuk mengetahui tingkat kerusakan struktur kimia minyak akibat oksidasi. Minyak ikan yang memiliki nilai bilangan peroksida tinggi menunjukkan tingkat kerusakan yang tinggi sehingga mutu minyak ikan kurang baik. Bilangan p-anisidin merupakan hasil pengukuran oksidasi lemak sekunder berdasarkan jumlah aldehid dalam lemak. Nilai bilangan p-anisidin pada penelitian ini

Table 1 Characteristics, oxidative parameters of purification and transesterification results of tuna crude oil

Tabel 1 Karakteristik, parameter oksidatif hasil pemurnian transesterifikasi minyak kasar ikan tuna

Parameter	Crude oil	Triglyceride oil	Pure ethyl ester oil	CAC (2021)
Free fatty acids (%)	2.12±0.05	0.45±0.41	0.63±0.05	≤ 1.5
Acid number (mg KOH/g)	3.63±0.09	0.76±0.08	1.08±0.05	≤ 3
Peroxide number (mEq/kg)	7.80±0.29	2.62±0.12	1.56±0.32	≤ 5
p-anisidine number (mEq/kg)	10.90±1.03	13.45±1.41	7.41±1.35	≤ 20
Total oxidation (mEq/kg)	26.50±1.07	18.68±1.37	10.53±1.48	≤ 26

masih dalam batas aman karena minyak ikan belum mengalami oksidasi sekunder yang ditandai dengan terbentuknya aldehid. Total oksidasi merupakan jumlah nilai oksidasi primer (FFA dan PV) dan oksidasi sekunder (P-AnV), sehingga apabila nilai FFA, PV dan P AnV tinggi maka nilai total oksidasi juga semakin tinggi (Estiasih, 2009).

### Pemurnian Minyak Ikan Tuna

Proses pemurnian dilakukan untuk mendapatkan mutu minyak ikan yang sesuai dengan standar CAC (2021). Minyak kasar yang digunakan sebagai bahan baku memiliki karakteristik warna minyak cokelat gelap, sedikit beraroma amis, dan terdapat bahan pengotor, sedangkan minyak hasil pemurnian memiliki warna cokelat muda cerah dan tidak beraroma amis. Perbandingan kenampakan minyak kasar dan minyak murni trigliserida dapat dilihat pada *Figure 1*.

Hasil tersebut sesuai dengan Dari *et al.* (2017) bahwa *bleaching* menggunakan magnesol XL dapat mengadsorpsi komponen pengotor sehingga warna minyak menjadi lebih cerah. Pengotor yang dapat diadsorpsi dengan magnesol yaitu pigmen, resin, gum, dan produk lain dari degradasi minyak yaitu peroksida (Ketaren, 2012). Proses pemurnian juga dapat meningkatkan mutu minyak ikan khususnya pada parameter oksidatif. Parameter oksidatif hasil pemurnian dapat dilihat pada *Table 1*.

*Table 1* menunjukkan bahwa proses pemurnian dapat menurunkan kadar asam lemak bebas, bilangan asam, bilangan peroksida, dan total oksidasi, sehingga sudah sesuai dengan standar CAC (2021). Penurunan kadar FFA disebabkan oleh metode pemurnian dengan netralisasi alkali menggunakan NaOH yang berpotensi menghilangkan kandungan asam lemak bebas dan komponen yang tidak



Figure 1 Comparison of the appearance of crude oil and triglyceride purified oil

Gambar 1 Ketampakan minyak kasar dan minyak murni trigliserida

diinginkan pada minyak ikan. Penurunan nilai bilangan peroksida karena proses *bleaching* menggunakan magnesol XL dapat menurunkan bilangan peroksida, logam berat, dan mencerahkan warna minyak ikan (Suseno *et al.*, 2011). Nilai bilangan anisidin hasil pemurnian mengalami peningkatan sebesar 20% karena minyak ikan bereaksi dengan oksigen selama penyimpanan. Minyak ikan yang bereaksi dengan oksigen akan membentuk senyawa aldehid, keton, dan turunannya sehingga nilai bilangan anisidin meningkat (Dari *et al.*, 2017).

### Transesterifikasi Minyak Ikan Tuna

Prosedur transesterifikasi dilakukan untuk membuat minyak ikan lebih tahan terhadap oksidasi. Prinsip transesterifikasi, yaitu mengubah asam lemak bebas dan trigliserida menjadi etil ester dan gliserol (Yulianto *et al.*, 2022). Parameter oksidatif hasil transesterifikasi dapat dilihat pada *Table 1*. Kadar asam lemak bebas setelah ditransesterifikasi meningkat sekitar 30% dari FFA minyak murni trigliserida 0,45% menjadi 0,63%. Hal ini karena proses transesterifikasi yang tidak sempurna. Andriyani *et al.* (2017) menjelaskan bahwa asam lemak bebas akan terbentuk saat minyak trigliserida dihidrolisis yang akan menyebabkan asam lemak pada trigliserida terlepas dari ikatan gliserol.

Tahap transesterifikasi pada penelitian ini dapat menurunkan nilai bilangan peroksida sebesar 40%, dari PV minyak murni trigliserida 2,62 mEq/kg menjadi 1,56 mEq/kg setelah transesterifikasi. Hasil tersebut lebih rendah dari penelitian Yulianto (2023) yang dapat menurunkan nilai bilangan peroksida sebesar 52% dari PV minyak murni trigliserida 3,57 mEq/kg menjadi 1,73 mEq/kg setelah transesterifikasi. Bilangan peroksida yang berbeda disebabkan oleh tahap pemurnian yang digunakan berbeda. Bilangan peroksida yang rendah disebabkan karena tahap *bleaching* dapat menghilangkan komponen pigmen karotenoid dan tokoferol yang berfungsi sebagai antioksidan (Suseno *et al.*, 2012).

### Konsentrat Omega-3 Ikan Tuna dengan Kristalisasi Suhu Rendah dan Kristalisasi Urea

Prinsip dari metode kristalisasi suhu rendah yaitu pemisahan asam lemak dalam bentuk trigliserida dan bentuk lainnya yang memiliki kelarutan tinggi menggunakan pelarut organik pada suhu dibawah 0°C (Shahidi & Wanawandara, 1998). Kelebihan dari metode ini, yaitu menggunakan peralatan sederhana dan suhu yang digunakan rendah sehingga mutu minyak tetap terjaga (Ahmadi & Estiasih, 2011). Metode ini melakukan pemisahan asam lemak berdasarkan perbedaan titik beku.

### Rendemen

Rendemen merupakan persentase dari perbandingan bobot produk akhir dengan bobot bahan baku awal yang digunakan. Perhitungan rendemen dilakukan untuk menilai apakah minyak ikan tuna efisien apabila digunakan sebagai sumber konsentrat omega-3. Hasil perhitungan rendemen konsentrat omega-3 dengan kristalisasi urea dapat dilihat pada *Figure 2*.

Perbedaan kondisi sampel memengaruhi rendemen konsentrat omega-3 yang dihasilkan. Rendemen kristal murni trigliserida berbeda nyata dengan rendemen kristal murni etil ester. Rendemen tertinggi diperoleh oleh konsentrat omega-3 kristal murni etil ester, yaitu sebesar 76,75%, sedangkan rendemen konsentrat omega-3 kristal murni trigliserida, yaitu sebesar 71%. Hal tersebut menunjukkan bahwa kondisi sampel dalam bentuk minyak murni etil ester menghasilkan konsentrat omega-3 yang lebih tinggi apabila dibandingkan dengan bentuk minyak murni trigliserida.

Rendemen tertinggi diperoleh oleh kondisi sampel urea 3:1 yaitu sebesar 4,8%, sedangkan rendemen terendah diperoleh oleh kondisi sampel urea 2:1 yaitu sebesar 1,80%. Nilai rendemen tersebut lebih rendah dibandingkan penelitian Magallanes *et al.* (2018), yang memperoleh rendemen konsentrat omega-3 dari minyak hati ikan berkisar antara 16-49%. Hal tersebut karena sampel minyak yang digunakan berbeda.

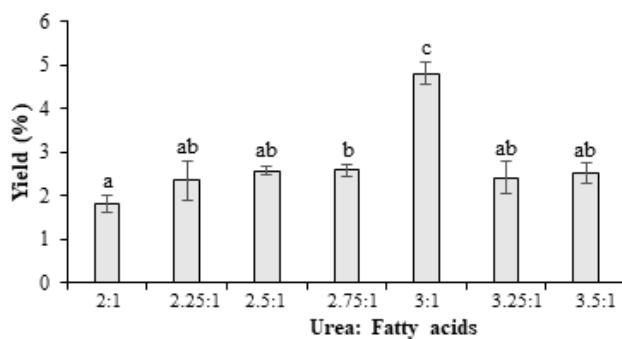


Figure 2 Yield of omega-3 concentrate by urea crystallization; The same letter indicates that there is no significant difference ( $p>0.05$ )

Gambar 2 Rendemen konsentrat omega-3 dengan kristalisasi urea; Huruf yang sama menunjukkan tidak berbeda nyata ( $p>0,05$ )

Nilai rendemen dapat dipengaruhi oleh kadar lemak ikan dimana setiap jenis ikan mempunyai kadar lemak yang berbeda-beda (Aditia *et al.*, 2014). Rendemen konsentrat omega-3 juga dipengaruhi oleh banyaknya asam lemak yang berikatan dengan urea. Hal tersebut menunjukkan bahwa semakin banyak asam lemak yang berikatan dengan urea, maka rendemen yang diperoleh semakin sedikit.

### Nilai bilangan iod

Bilangan iod dapat didefinisikan sebagai sifat kimia minyak yang menunjukkan banyaknya ikatan rangkap atau ikatan tak jenuh dalam minyak. Analisis bilangan iod ini dilakukan untuk mengukur efisiensi dari proses pembuatan konsentrat omega-3. Nilai bilangan iod konsentrat omega-3 dengan kristalisasi suhu rendah dapat dilihat pada

Figure 3 dan nilai bilangan iod konsentrat omega-3 dengan kristalisasi urea dapat dilihat pada Figure 4.

Nilai bilangan iod kristal murni etil ester tidak berbeda nyata dengan kristal murni trigliserida namun, berbeda nyata dengan minyak kasar, disamping itu minyak kasar juga tidak berbeda nyata dengan kristal murni trigliserida. Nilai bilangan iod tertinggi diperoleh oleh kristal murni etil ester, yaitu sebesar 258,21% dan nilai bilangan iod terendah diperoleh oleh minyak kasar, yaitu sebesar 229,33%. Kondisi sampel dalam bentuk kristal murni etil ester lebih banyak mengandung asam lemak jenuh apabila dibandingkan dengan bentuk kristal murni trigliserida. Hal tersebut dikarenakan nilai bilangan iod yang tinggi menunjukkan bahwa minyak tersebut memiliki ketidakjenuhan yang tinggi. Ketidakjenuhan yang tinggi

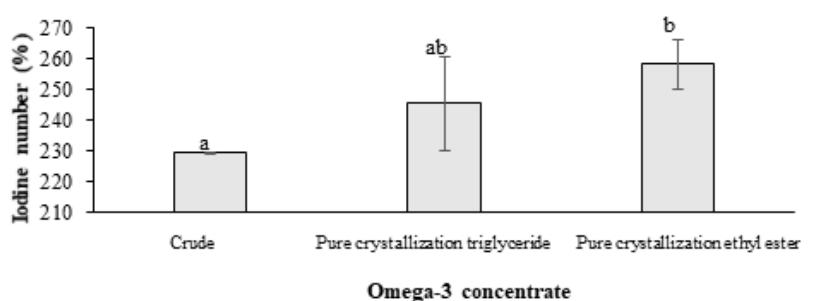


Figure 3 Iodine number value of low temperature crystallization omega-3 concentrate; The same letter indicates that there is no significant difference ( $p>0.05$ )

Gambar 3 Bilangan iod konsentrat omega-3 kristalisasi suhu rendah; Huruf yang sama menunjukkan tidak berbeda nyata ( $p>0,05$ )

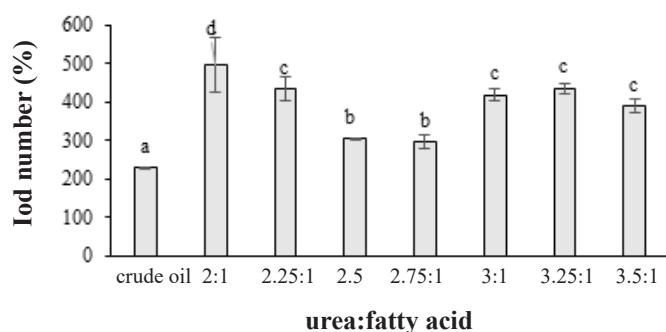


Figure 4 Iodine number value of urea crystallization omega-3 concentrate; The same letter indicates that there is no significant difference ( $p>0.05$ )

Gambar 4 Bilangan iod konsentrat omega-3 kristalisasi urea; Huruf yang sama menunjukkan menunjukkan tidak berbeda nyata ( $p>0,05$ )

dalam minyak menggambarkan bahwa minyak tersebut banyak mengandung asam lemak omega-3 (Raharjo, 2022). Berdasarkan parameter nilai bilangan iod dapat dilihat bahwa kondisi sampel dalam bentuk minyak murni etil ester lebih efisien digunakan untuk membuat konsentrat omega-3 apabila dibandingkan dengan bentuk minyak murni trigliserida.

Perbedaan rasio urea:asam lemak dapat memengaruhi nilai bilangan iod konsentrat omega-3 yang dihasilkan. Nilai bilangan iod terendah diperoleh oleh minyak kasar, yaitu sebesar 229,33% serta nilai bilangan iod tertinggi dari konsentrat omega-3 diperoleh oleh kondisi sampel urea 2:1, yaitu sebesar 495,89% dan nilai bilangan iod terendah pada kondisi sampel urea 2,75:1 yaitu 296,26%. Bilangan iod menggambarkan jumlah asam lemak tidak jenuh (*unsaturated fatty acid*), dimana perlakuan 2:1 memiliki sedikit rendemen, tetapi memiliki konsentrat omega 3 yang tinggi yang digambarkan dari bilangan iodnya. Oleh karena itu, berdasarkan parameter nilai bilangan iod, rasio urea: asam lemak 2:1 lebih efisien digunakan untuk membuat konsentrat omega-3 dibandingkan dengan rasio lainnya. Konsentrat omega-3 yang memiliki nilai bilangan iod tertinggi dan terendah kemudian digunakan untuk analisis lanjutan, yaitu analisis profil asam lemak.

## Profil Asam Lemak

Analisis profil asam lemak dilakukan untuk mengetahui komposisi senyawa asam

lemak yang ada pada minyak ikan yaitu *saturated fatty acid* (SFA), *monounsaturated fatty acid* (MUFA) dan *polyunsaturated fatty acid* (PUFA). Profil asam lemak dan konsentrat omega-3 kristalisasi suhu rendah dapat dilihat pada Table 2.

Asam lemak omega-3 pada konsentrat omega-3 kristal murni trigliserida dan konsentrat omega-3 kristal murni etil ester didominasi oleh DHA yakni masing-masing sebesar 62,54% dan 63,21%. Hasil analisis profil tersebut sesuai dengan hasil analisis bilangan iod yang menunjukkan tingkat ketidakjenuhan sampel. Konsentrat omega-3 murni etil ester yang memiliki nilai bilangan iod paling tinggi juga memiliki kadar PUFA yang paling tinggi, begitu pula pada sampel minyak kasar yang memiliki nilai bilangan iod paling rendah juga memiliki kadar PUFA yang paling rendah.

Analisis profil asam lemak konsentrat omega-3 sebagai analisis lanjutan dari konsentrat omega-3 urea yang memiliki nilai bilangan iod tertinggi dan terendah. Analisis ini dilakukan untuk mengetahui komposisi senyawa asam lemak yang ada di minyak ikan. Profil asam lemak konsentrat omega-3 urea dapat dilihat pada Table 3.

Hasil analisis profil asam lemak konsentrat omega-3 ikan tuna menunjukkan terdapat 3 asam lemak yang termasuk dalam *saturated fatty acid* (SFA), *mono unsaturated fatty acid* (MUFA), dan *poly unsaturated fatty acid* (PUFA). Asam lemak SFA yang teridentifikasi adalah 7 dan asam palmitat

Table 2 Comparison of crystal omega-3 concentrate (triglyceride and ester crystal) and fatty acid (crude oil) profile at low temperatures

Tabel 2 Perbandingan profil asam lemak (minyak kasar) dan kristal konsentrat omega-3 (kristal trigliserida dan etil ester) suhu rendah

Fatty Acid	Crude oil (% w/w)	Triglyceride crystal (% w/w)	Ethyl ester crystal (% w/w)
Butyric Acid (C4:0)	-	0.67	0.77
Undecanoic Acid (C11:0)	0.03	0.01	0.01
Lauric Acid (C12:0)	-	3.27	3.18
Myristic Acid (C14:0)	7.62	-	-
Pentadecanoic Acid (C15:0)	0.86	0.16	0.16
Palmitic Acid (C16:0)	25.48	14.59	13.94
Heptadecanoic Acid (C17:0)	0.93	0.16	0.16
Stearic Acid (C18:0)	6.74	2.37	2.25
Arachidic Acid (C20:0)	0.41	0.11	0.15
Heneicosanoic Acid (C21:0)	-	0.01	0.01
Behenic Acid (C22:0)	0.2	0.07	0.06
Lignoceric Acid (C24:0)	4.59	0.04	0.05
<b>Total SFA</b>	<b>46.86</b>	<b>21.46</b>	<b>20.74</b>
Palmitoleic Acid (C16:1)	9.24	2.07	2.04
Cis-10-Heptadecanoic Acid (C17:1)	0.37	0.04	0.04
Elaidic Acid (C18:1n9t)	0.2	0.02	0.02
Oleic Acid (C18:1n9c)	0.64	8.34	8.18
Cis-11-Eicosanoic Acid (C20:1)	0.46	0.09	0.1
Erucic Acid Methyl Ester (C22:1n9)	1.7	0.35	0.33
Nervonic Acid (C24:1)	-	0.13	0.13
<b>Total MUFA</b>	<b>12.61</b>	<b>11.04</b>	<b>10.84</b>
Linoleic Acid (C18:2n6c)	1.39	0.21	0.2
Linoleaidic Acid (C18:2n9t)	0.18	0.04	0.05
γ-Linolenic Acid (C18:3n6)	0.09	0.04	0.04
Linolenic Acid (C18:3n3)	0.81	0.59	0.58
Cis-11,14-Eicosadienoic acid (C20:2)	0.72	0.09	0.08
Cis-8,11,14-Eicocetrienoic acid (C20:3n6)	0.14	0.04	0.04
Cis-11,14,17-Eicocentrienoic Acid Methyl Ester (C20:3n3)	0.17	0.08	0.07
Arachidonic Acid (C20:4n6)	2.55	0.03	0.01
Cis-5,8,11,14,17-Eicosapentaenoic acid (C20:5n3)	-	2.19	2.21



Table 2 Comparison of crystal omega-3 concentrate (triglyceride and ester crystal) and fatty acid (crude oil) profile at low temperatures (continued)

Tabel 2 Perbandingan profil asam lemak (minyak kasar) dan kristal konsentrat omega-3 (kristal trigliserida dan etil ester) suhu rendah (lanjutan)

Fatty Acid	Crude oil (% w/w)	Triglyceride crystal (% w/w)	Ethyl ester crystal (% w/w)
Cis-4,7,10,13,16,19-Docosahexaenoic acid (C22:6n-3)	21.11	62.54	63.21
<b>Total PUFA</b>	<b>27.16</b>	<b>65.85</b>	<b>66.49</b>
<b>Total MUFA &amp; PUFA</b>	<b>39.77</b>	<b>76.89</b>	<b>77.33</b>
<b>Total Fatty Acids Identified</b>	<b>86.63</b>	<b>98.35</b>	<b>98.07</b>
<b>The proportion of unsaturated fatty acids to saturated fatty acids</b>	<b>0.85:1</b>	<b>3.58:1</b>	<b>3.73:1</b>

Table 3 Fatty acid profile of urea omega-3 concentrate

Tabel 3 Profil asam lemak konsentrat omega-3 urea

Fatty Acid	Crude oil (% w/w)	Urea 2:1 (% w/w)	Urea 2.75:1 (% w/w)
Butyric Acid (C4:0)	-	0.46	-
Undecanoic Acid (C11:0)	0.03	-	-
Lauric Acid (C12:0)	-	0.78	0.88
Myristic Acid (C14:0)	7.62	-	-
Pentadecanoic Acid (C15:0)	0.86	0.03	0.03
Palmitic Acid (C16:0)	25.48	2.19	2.62
Heptadecanoic Acid (C17:0)	0.93	0.02	0.03
Stearic Acid (C18:0)	6.74	0.29	0.37
Arachidic Acid (C20:0)	0.41	0.03	0.03
Behenic Acid (C22:0)	0.2	-	-
Lignoceric Acid (C24:0)	4.59	-	-
<b>Total SFA</b>	<b>46.86</b>	<b>3.8</b>	<b>3.96</b>
Myristoleic Acid (C14:1)	-	-	0.02
Palmitoleic Acid (C16:1)	9.24	0.88	1.03
Cis-10-Heptadecanoic Acid (C17:1)	0.37	0.01	0.02
Elaidic Acid (C18:1n9t)	0.2	-	-
Oleic Acid (C18:1n9c)	0.64	2.3	2.61
Cis-11-Eicosanoic Acid (C20:1)	0.46	0.03	0.03
Erucic Acid Methyl Ester (C22:1n9)	1.7	0.05	0.06
Nervonic Acid (C24:1)	-	-	0.02
<b>Total MUFA</b>	<b>12.61</b>	<b>3.27</b>	<b>3.79</b>

Table 3 Fatty acid profile of urea omega-3 concentrate (continued)

Tabel 3 Profil asam lemak konsentrat omega-3 urea (lanjutan)

Fatty Acid	Crude oil (% w/w)	Urea 2:1 (% w/w)	Urea 2.75:1 (% w/w)
Linoleic Acid (C18:2n6c)	1.39	0.17	0.17
Linolelaidic Acid (C18:2n9t)	0.18	0.01	0.01
γ-Linolenic Acid (C18:3n6)	0.09	0.05	0.06
Linolenic Acid (C18:3n3)	0.81	0.12	0.14
Cis-11,14-Eicosadienoic acid (C20:2)	0.72	0.11	0.11
Cis-8,11,14-Eicocetrienoic acid (C20:3n6)	0.14	0.04	0.04
Cis-11,14,17- Eicocentrienoic Acid Methyl Ester (C20:3n3)	0.17	0.01	0.01
Arachidonic Acid (C20:4n6)	2.55	0.01	0.02
Cis-5,8,11,14,17-Eicosapentaenoic acid (C20:5n3)	-	3.08	3.02
Cis-4,7,10,13,16,19-Docosahexaenoic acid (C22:6n-3)	21.11	88.76	88.29
<b>Total PUFA</b>	<b>27.16</b>	<b>92.36</b>	<b>91.87</b>
<b>Total MUFA &amp; PUFA</b>	<b>39.77</b>	<b>95.63</b>	<b>95.66</b>
<b>Total Fatty Acids Identified</b>	<b>86.63</b>	<b>99.43</b>	<b>99.62</b>
<b>The proportion of unsaturated fatty acids to saturated fatty acids</b>	<b>0.85:1</b>	<b>25.17:1</b>	<b>24.16:1</b>

(C16:0) sebesar 2,19% adalah asam lemak paling dominan. MUFA yang teridentifikasi terdapat 5 jenis dan asam oleat (C18:1n9c) sebesar 2,3% adalah asam lemak paling dominan. Kandungan PUFA dalam konsentrat omega-3 ikan tuna yang teridentifikasi sebanyak 10 jenis dan DHA (C22:6n3) sebesar 88,76% adalah asam lemak paling dominan.

Table 4 Omega-3 fatty acid composition

Tabel 4 Komposisi asam lemak omega-3

Omega-3 fatty acids	Crude oil (% w/w)	Pure triglyceride crystals (% w/w)	Pure crystalline ethyl ester (% w/w)	Urea 2:1 (% w/w)
EPA	-	2.19	2.21	3.08
DHA	21.11	62.54	63.21	88.76
ALA	0.81	0.59	0.58	0.12
Eicosatrienoate methyl ester	0.17	0.08	0.07	0.1
Total omega-3 fatty acids	22.09	65.4	66.07	91.97
Increased total omega-3 fatty acids	-	196.06% (2.96 times)	199.09% (2.99 times)	316.34% (4.16 times)

## Peningkatan Omega-3 Minyak Ikan Tuna

Asam lemak omega-3 yang ditemukan dalam penelitian ini di antaranya, yaitu DHA, EPA, α Linolenic Acid (ALA), dan eikosentrienoat metil ester. Komposisi asam

lemak omega-3 pada penelitian ini dapat dilihat pada *Table 4*.

Berdasarkan peningkatan asam lemak omega-3 dapat dilihat bahwa metode kristalisasi urea lebih baik digunakan dalam pembuatan konsentrat omega-3 dibandingkan metode kristalisasi suhu rendah. Hal tersebut karena metode kristalisasi urea melakukan pemisahan berdasarkan ikatan kimianya, bukan berdasarkan sifat fisik seperti titik beku dan kelarutan, sehingga tingkat peningkatan asam lemak omega 3 yang diperoleh lebih tinggi (Wanasundara & Shahidi, 1999). Konsentrat omega-3 urea 2:1 mengalami peningkatan total asam lemak omega-3 sebesar 316,34% atau setara dengan 4,16 kali lebih tinggi dari minyak kasar. Proses kristalisasi urea dengan asam lemak relatif lebih mudah ditingkatkan untuk produksi komersial karena menggunakan peralatan yang lebih sederhana dan lebih hemat biaya untuk memperoleh konsentrat omega-3 dalam jumlah besar.

## KESIMPULAN

Pembuatan konsentrat omega-3 ikan tuna dengan metode kristalisasi suhu rendah lebih baik menggunakan kondisi sampel minyak murni etil ester. Rasio urea dan asam lemak 2:1 merupakan perlakuan terbaik dalam pembuatan konsentrat omega-3 ikan tuna dengan metode kristalisasi urea. Metode kristalisasi urea berdasarkan parameter bilangan iod dan peningkatan total asam lemak omega-3 menghasilkan kualitas konsentrat omega-3 yang lebih tinggi dibandingkan metode kristalisasi suhu rendah. Konsentrat omega-3 urea 2:1 mengalami peningkatan total asam lemak omega-3 sebesar 316,34% atau setara dengan 4,16 kali lebih tinggi dari minyak kasar.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada Badan Riset dan Inovasi Nasional serta Lembaga Pengelola Dana Pendidikan atas dana hibah penelitian yang telah diberikan dengan nomor kontrak: 18/IV/KS/06/2022 dan 4830/IT3.L1/PT.01.03/P/B/2022 pada tanggal 30 Agustus 2023 atas nama Prof. Dr. Sugeng Heri Suseno, S.Pi., M.Si.

## DAFTAR PUSTAKA

- Aditia, R. P., Darmanto, Y. S., & Romadhon. (2014). Perbandingan mutu minyak ikan kasar yang diekstrak dari berbagai jenis ikan yang berbeda. *Jurnal Pengolahan dan Bioteknologi Hasil Perikanan*, 33(3), 55–60.
- Ahmadi, K. G. S., & Estiasih, T. (2011). Kristalisasi pelarut suhu rendah pada pembuatan fraksi kaya vitamin e mengandung tokotrienol dari distilat asam lemak minyak sawit. *Jurnal Teknologi dan Industri Pangan*, 22(2), 142–149.
- Andriyani, P., Nurhayati, T., & Suseno, S. H. (2017). Pengaruh oksidatif minyak ikan sardin untuk pangan. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 20(2), 275–285. <https://doi.org/10.17844/jphpi.v20i2.17908>.
- [AOAC] Association of Official Analytical Chemists. (2012). Official methods of analysis of the Association of Analytical Chemist. 19th edition. Washington DC [US]. Association of Official Analytical Chemists Inc.
- [AOAC] Association of Official Analytical Chemists. (2005). Official Method of Analysis of the Association of Official Analytical of Chemist. Arlington. Virginia (US): The AOAC Inc.
- [AOCS] American Oil Chemists Society. (1998). Official Method Recommended Practices of the American Oil Chemists Society 5th ed. Campaign (US): AOCS Press.
- Apituley, D. A. N., Sormin, R. B. D., Nanlohy, E. E. E. M. (2020). Karakteristik dan profil asam lemak minyak ikan dari kepala dan tulang ikan tuna (*Thunnus albacares*). *AGRITEKNO: Jurnal Teknologi*, 9(1), 10-19. <https://doi.org/10.30598/jagritekno.2020.9.1.10>.
- Bija, S., Suseno, S. H., & Uju. (2016). Pemurnian minyak ikan sardin dengan tahapan *degumming* dan netralisasi. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 20(1), 143–152.
- [BSN] Badan Standardisasi Nasional. (2018). SNI 8392.1-2018 tentang Penentuan Kadar Asam Lemak Bebas dengan

- Metode Titrasi Alkalimetri. Jakarta: Badan Standardisasi Nasional.
- [BSN] Badan Standardisasi Nasional. (2018). SNI 8392.2-2018 tentang Penentuan Bilangan Peroksida pada Minyak Ikan dengan Metode Titrasi Iodometri. Jakarta: Badan Standardisasi Nasional.
- [BSN] Badan Standardisasi Nasional. (2018). SNI 8392.3-2018 tentang Penentuan Bilangan p-anisidin. Jakarta: Badan Standardisasi Nasional.
- [BSN] Badan Standardisasi Nasional. (2018). SNI 8467:2018 tentang Minyak Ikan Murni (Refined Fish Oil)-Syarat Mutu Dan Pengolahan. Jakarta: Badan Standardisasi Nasional.
- [CAC] Codex Alimentarius Commission. (2021). Standard for Fish Oils, CXS 329 2017, Adopted in 2017, Amended in 2021.
- Chamidah. A., & Wicaksono, A. (2021). Pembuatan konsentrat omega-3 dari minyak hati hiu botol dengan metode kristalisasi urea. *Jurnal Perikanan Universitas Gadjah Mada*, 23(2), 119–125. <https://doi.org/10.22146/jfs.60352>.
- Ciriminna, R., Meneguzzo, F., Delisi, R., & Pagliaro, M. (2017). Enhancing and improving the extraction of omega-3 from fish oil. *Sustainable Chemistry and Pharmacy*, 5, 54–59. <https://doi.org/10.1016/j.scp.2017.03.001>.
- Dari, D. W., Astawan, M., Wulandari, N., & Suseno, S. H. (2017). Karakterisasi minyak ikan sardine (*Sardinella* sp.) hasil pemurnian bertingkat. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan*. 20(3), 456–467. <https://doi.org/10.17844/jphpi.v20i3.19766>.
- Estiasih, T. (2009). Fish Oil: Technology and Implementation for Food and Health. Yogyakarta. Graha Ilmu.
- Estiasih T. (2010). Optimasi kristalisasi urea pada pembuatan konsentrat asam lemak ω-3 dari minyak hasil samping penepungan ikan lemuru (*Sardinella longiceps*). *Jurnal Teknologi Pertanian*, 11(1), 37–46.
- Estiasih, T., Ahmadi, K., Nisa, F. C., & Kusumastuti, F. (2009). Optimasi kondisi pemurnian asam lemak omega-3 dari minyak hasil samping penepungan tuna (*Thunnus* sp) dengan kristalisasi urea. *Jurnal Teknologi dan Industri Pangan*, 20(2), 135–142.
- Giacobbe, J., Benoiton, B., Zunszain, P., Pariante, C. M., & Borsini, A. (2020). The anti inflammatory role of omega-3 polyunsaturated fatty acids metabolites in pre clinical models of psychiatric, neurodegenerative, and neurological disorders. *Frontiers in Psychiatry*, 11(122), 1–13. <https://doi.org/10.3389/fpsyg.2020.00122>.
- Homayooni, B., Sahari, M. A., & Barzegar, M. (2014). Concentrations of omega-3 fatty acids from rainbow sardine fish oil by various methods. *International Food Research Journal*, 21(2), 743–748.
- Islam, M. A., Amin, M. N., Siddiqui, S. A., Hossain, M. P., Sultana, F., & Kabir, M., R. (2019). Trans fatty acids and lipid profile: a serious risk factor to cardiovascular disease, cancer and diabetes. *Diabetes & Metabolic Syndrome: Clinical Research & Reviews*. 13(2), 1643–1647. <https://doi.org/10.1016/j.dsx.2019.03.033>.
- Ketaren, S. (2012). Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan. Depok. UI Press.
- [KKP] Kementerian Kelautan dan Perikanan. (2022). Produktivitas Perikanan Indonesia.
- Magallanes, L. M., Tarditto, L. V., Gross, N. R., Pramparo, M. C., & Gayol, M. F. (2018). Highly concentrated omega-3 fatty acid ethyl esters by urea complexation and molecular distillation. *Journal of the Science of Food and Agriculture*. 99(2), 877–884. <https://doi.org/10.1002/jsfa.9258>.
- Maulana, I. T., Sukraso, & Damayanti, S. (2014). Kandungan asam lemak dalam minyak ikan Indonesia. *Jurnal Ilmu dan Teknologi Kelautan Tropis*, 6(1), 121–130.
- Pratiwi DR. 2021. Analisis hubungan kausalitas pertumbuhan ekonomi, konsumsi energi, dan emisi CO<sub>2</sub> di Indonesia pada periode 1980-2019. *Jurnal Budget*. 6(1):17–35.
- Raharjo, E. K. (2022). Pengaruh rasio pelarut dalam pembuatan konsentrat omega-3

- ikan tuna (*Thunnus* sp.) dengan kristalisasi suhu rendah. [Skripsi]. Institut Pertanian Bogor.
- Shahidi, F., & Wanasundara, U.N. (1998). Omega-3 fatty acid concentrates: nutritional aspects and production technologies. *Trends in Food Science and Technology*, 9(6), 230–240. [https://doi.org/10.1016/S0924-2244\(98\)00044-2](https://doi.org/10.1016/S0924-2244(98)00044-2).
- Suriani, N. W., Lawalata, H. J., & Komansilan, A. (2014). Urea crystallization on the concentrate making of omega-3 fatty acid from oil of tuna fish (*Thunnus* Sp.) canning byproduct. *International Journal of PharmTech Research*, 6(7), 1981–1990.
- Suseno, S. H., Jacoeb, A. M., Nugraha, R., & Salia. (2021). Bleaching optimization of tuna (*Thunnus* sp.) oil using response surface methodology. *Food Research*, 5(6), 92–103. [https://doi.org/10.26656/fr.2017.5\(6\).099](https://doi.org/10.26656/fr.2017.5(6).099).
- Suseno, S. H., Rizkon, A. K., Jacoeb, A. M., Nurjanah., & Supinah, P. (2020). Ekstraksi dry rendering dan karakterisasi minyak ikan patin (*Pangasius* sp.) hasil samping industri filet di Lampung. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 23(1), 38–46. <https://doi.org/10.17844/jphpi.v23i1.30722>.
- Suseno, S. H., Tajul, A. Y., Nadiah, W. A., Noor, A. F. (2012). Improved of color properties on *Sardinella lemuru* oil during adsorbent refining using magnesol XL. *International Food Research Journal*, 19(4), 1383–1386.
- Suseno, S. H., Tajul, A. Y., Nadiah, W. A., Noor, A. F. (2011). Improving the quality of lemuru (*Sardinella lemuru*) oil using magnesol XL filter aid. *International Food Research Journal*, 18, 255–264.
- Wanasundara, U. N., & Shahidi, F. (1999). Concentration of omega 3-polyunsaturated fatty acids of seal blubber oil by urea complexation: optimization of reaction conditions. *Food Chemistry*, 85(6), 41–49. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(98\)00153-8](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(98)00153-8).
- Yulianto, A. (2023). Optimalisasi proses transesterifikasi minyak ikan tuna (*Thunnus* sp.) menggunakan Response Surface Method dan uji kestabilan produk etil esternya. [Tesis]. Institut Pertanian Bogor.
- Yulianto, A., Suseno, S. H., Nugraha, R. (2022). Etil ester minyak ikan tuna sebagai bahan penyediaan suplemen omega-3 menggunakan perlakuan NaOH dan suhu. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 25(2), 294–306. <https://doi.org/10.17844/jphpi.v25i2.40547>.