

Ekstraksi dan karakterisasi minyak dari kulit ikan patin (*Pangasius hypophthalmus*)

Extraction and characterization of fish oil from catfish (*Pangasius hypophthalmus*) skin

Nurjanah, Sugeng Heri Suseno, Titot Bagus Arifianto*

Department of Aquatic Product Technology, Faculty of Fisheries and Marine Science, Bogor Agricultural University, Bogor, Indonesia. Jl. Agatis Lingkar Kampus, Darmaga IPB Bogor, *Email: titotbagus@gmail.com

Abstract. Catfish is playing an important role in aquaculture production; it is one of the primary commodities of inland fisheries industry. Catfish meat has a yield of 49% and resulted in 51% of waste products. Thus catfish waste product has potency as source of fish oil which riches of omega-3. The Purpose of this study was to evaluate the suitable extraction method to obtain the high quality of fish oil from catfish skin. Based on the oxidative quality analysis data obtained extraction temperature of 60°C gives the best quality of fish oil with parameters such as peroxide value, free fatty acid, p-anisidine value, acid value and total oxidation of 38 meq/kg, 0.45%, 107,5 meq/kg, 895 mg KOH/kg and 187.5, respectively. The best yield was 18.75% which was obtained at extraction temperature of 75 °C. It was concluded that best extraction at 60°C, for 30 minutes, with solvent and sample ratio 1:1.

Keywords: catfish; characterization; extraction; fatty acids; lipid

Abstrak. Ikan patin merupakan komoditas penting perikanan budidaya dan termasuk dalam komoditas utama industri perikanan. Ikan patin memiliki rendemen daging sebesar 49%, dan menyisakan 51% limbah yang terdiri dari kepala, kulit, jeroan dan tulang. Limbah pengolahan ikan patin sangat potensial untuk dijadikan sumber minyak ikan yang kaya PUFA. Tujuan penelitian ini adalah menentukan metode ekstraksi terbaik yang menghasilkan kualitas minyak ikan yang memiliki kualitas oksidatif terbaik. Berdasarkan uji kualitas oksidatif, hasil penelitian menunjukkan ekstraksi pada suhu 60°C memberikan karakteristik kualitas minyak terbaik, dengan nilai peroksida terkecil sebesar 38 meq/kg, persentase asam lemak bebas terkecil 0,45%, nilai p-anisidine terendah sebesar 107,5 meq/kg, nilai bilangan asam terkecil sebesar 895 mg KOH/kg, nilai total oksidasi terendah sebesar 187,5 meq/kg. Persentase rendemen terbesar sebesar 18,75% diperoleh dengan suhu ekstraksi 75°C. Metode ekstraksi terbaik minyak ikan dari kulit patin dihasilkan pada suhu ekstraksi 60°C, dengan lama waktu ekstraksi 30 menit, dan perbandingan pelarut dengan bahan 1:1.

Kata kunci: asam lemak; ekstraksi; ikan patin; karakterisasi; lemak

Pendahuluan

Ekstraksi minyak ikan pada skala industri umumnya melibatkan pemasakan dan pengepresan bahan baku, sedangkan ekstraksi skala laboratorium umumnya dilakukan dengan bantuan pelarut menggunakan prinsip interaksi antara bahan dan pelarut tertentu. Christie (2003) menyatakan lipid memiliki gugus fungsi yang berpolaritas rendah seperti triasilglicerol (TAG) dan kolesterol yang larut dalam pelarut hidrokarbon dan tidak larut dalam pelarut polar.

Ekstraksi minyak dari hasil sampingan pengolahan ikan sangat potensial dan sudah cukup banyak dilakukan diantaranya Chantachum *et al.* (2000) melakukan penelitian produksi minyak ikan dari limbah industri tuna, sementara Aidos *et al.* (2002) menggunakan limbah ikan herring, dan produksi minyak ikan dari *by product* limbah ikan salmon sudah diteliti oleh Wu dan Bechtel (2008). Lebih lanjut Zuta *et al.* (2003) berhasil melakukan ekstraksi minyak ikan dari limbah kulit ikan mackarel (*Scombridae* sp.) dengan rendemen hingga 38%. Penelitian ekstraksi minyak ikan selain mencari sumber PUFA yang baik dan beragam, juga mencari teknik ekstraksi minyak ikan yang potensial dari bahan limbah ikan.

Kualitas minyak ikan menjadi perhatian dalam proses produksi minyak ikan. Stabilitas minyak merupakan salah satu penentu mutu dari minyak, semakin baik mutu minyak ikan, maka harga minyak ikan tersebut menjadi semakin tinggi. Menurut Irianto (1992) stabilitas minyak sangat dipengaruhi oleh jenis minyak yang dimurnikan, perlakuan yang diterapkan dalam pemurnian, suhu penyimpanan, penambahan antioksidan dan tipe pengemas. Oleh karena itu, penelitian ini bertujuan untuk menentukan metode ekstraksi terbaik untuk menghasilkan minyak ikan dari kulit ikan patin (*Pangasius hypophthalmus*).

Bahan dan Metode

Waktu dan tempat penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Februari sampai Juli 2013 di Laboratorium Bahan Baku Perairan, Laboratorium Biokimia Hasil Perairan, Departemen Teknologi Hasil Perairan, Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan, Institut Pertanian Bogor.

Rancangan penelitian

Penelitian ini bersifat eksperimen dengan Rancangan Acak Lengkap Faktorial (RALF). Perlakuan yang diuji adalah perbandingan pelarut dan bahan dengan 2 taraf (2:1 dan 1:1), suhu ekstraksi dengan 6 taraf (50, 60, 70, 75, 85, 95 °C) dan lama waktu ekstraksi dengan 3 taraf (10, 20, dan 30 menit) terhadap ekstraksi minyak dari kulit ikan patin.

Prosedur penelitian

Preparasi sampel

Bahan kulit ikan patin diperoleh dari sisa produksi fillet ikan patin Laboratorium Bahan Baku Hasil Perairan, Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan, Institut Pertanian Bogor. Kulit ikan patin kemudian dicuci dengan air bersih lalu dibersihkan untuk memisahkan sisa daging dari kulit ikan patin.

Analisis bilangan peroksida/Peroxide Value (PV) (AOAC, 2005)

Metode penentuan bilangan peroksida menggunakan prinsip titrasi iodin yang dilepaskan dari senyawa potassium iodide oleh peroksida dengan menggunakan standar larutan thiosulfat sebagai titran dan larutan pati sebagai indikator. Metode ini mendeteksi semua zat yang mengoksidasi potassium iodide dalam kondisi asam.

Sebanyak 5 g sampel dimasukkan dalam labu erlenmeyer ukuran 250 ml, kemudian ditambahkan 30 ml larutan asam asetat dan kloroform dengan perbandingan 3:2, kemudian ditambahkan 0,5 ml larutan potassium iodide (KI), larutan kemudian dikocok dengan hati-hati agar tercampur, kemudian ditambahkan 30 ml aquades. Selanjutnya dilakukan titrasi larutan dengan 0,01 N sodium thiosulfate ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) hingga larutan berubah warna menjadi kuning, setelah itu ditambahkan 0,5 ml larutan indikator kanji 1% yang akan merubah warna larutan menjadi biru, titrasi kemudian dilanjutkan bersamaan dengan terus mengocok larutan hingga berubah warna menjadi biru muda yang menandakan pelepasan iodine dari lapisan kloroform, lanjutkan titrasi dengan hati-hati hingga warna biru pada larutan hilang. Perhitungan nilai peroksida dilakukan dengan persamaan berikut:

$$\text{Nilai Peroksida (meq/kg)} = \frac{S \times M \times 1000}{\text{berat sampel (g)}}$$

Dimana, S = Jumlah sodium thiosulfate (ml), M= konsentrasi sodium thiosulfate (0,01)

Penentuan nilai anisidin/Anisidine Value (AV) (Watson, 1994)

Pertama dibuat larutan uji 1 dengan cara melarutkan 0,5 g sampel kedalam 25 ml *trimethylpentane*. Kemudian dibuat larutan uji 2 dengan cara menambahkan 1 ml larutan *p-anisidine* (2,5 g/l) kedalam 5 ml larutan uji 1, kemudian dikocok dan dihindarkan dari cahaya. Kemudian dibuat larutan referensi dengan cara menambahkan 1 ml larutan *p-anisidine* (2,5 g/l) kedalam 5 ml larutan *trimethylpentane*, kemudian dikocok dan dihindarkan dari cahaya. Kemudian larutan diukur nilai absorbansi, larutan uji 1 pada 350 nm dengan menggunakan *trimethylpentane* sebagai larutan kompensasi. Larutan uji 2 pada 350 nm tepat 10 menit setelah larutan disiapkan, dengan menggunakan larutan referensi sebagai kompensasi. Nilai anisidine ditetapkan dengan persamaan berikut:

$$\text{Nilai Anisidin (meq/kg)} = \frac{25 \times (1,2 A_1 - A_2)}{m}$$

dimana, A_1 =absorbansi larutan uji 1, A_2 = absorbansi larutan uji 2, M= massa sampel yang digunakan pada larutan uji 1

Analisis asam lemak bebas/ Free Fatty Acid (FFA) (AOAC, 1995)

Asam lemak bebas sangat berkaitan dengan *flavour* dan tekstur yang kurang menarik pada minyak. pada industri pengolahan minyak nilai FFA sangat berkaitan dengan jumlah alkali yang akan digunakan pada proses pemurnian (Sathivel *et al.*, 2003). Sebanyak 10 gram minyak ditambahkan 25 ml alkohol 95% netral (erlenmeyer 200ml), panaskan di dalam penangas air selama 10 menit, kemudian campuran tersebut ditetes indikator PP sebanyak 2 tetes. Setelah itu campuran tersebut dikocok dan dititrasi dengan KOH 0.1 N hingga timbul warna pink yang tidak hilang dalam 10 detik. Persentase FFA dihitung berdasarkan persamaan berikut:

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

dimana, A = Jumlah titrasi KOH (ml), N = Normalitas KOH,G = gram contoh, M = Bobot molekul asam lemak dominan

Penentuan bilangan asam/ acid value

Penentuan *acid value* dilakukan berdasarkan metode Wrolstad *et al.* (2005). penentuan derajat keasaman dilakukan dengan cara titrasi KOH terhadap sampel, yang menggunakan prinsip jumlah KOH yang diperlukan (mg) untuk menetralkan 1 g lemak. Berikut persamaan untuk mendapatkan nilai bilangan asam (mg KOH/ ml lipid):

$$\text{Bilangan asam (mg KOH/kg)} = \frac{A \times B}{\text{berat sampel (g)}}$$

dimana, A : konsentrasi KOH (mg/ml), B= jumlah KOH yang diperlukan untuk titrasi (ml)

Penentuan nilai total oksidasi (Perrin, 1996)

Penentuan nilai total oksidasi (TOTOX) dilakukan dengan metode Perrin (1996) dengan persamaan: Nilai Total Oksidasi = (2PV + AV), dimana, PV= Nilai bilangan peroksida, AV= Nilai P-anisidine

Analisis data

Analisis data dilakukan menggunakan ANOVA dua arah, dan jika terdapat perbedaan nyata maka akan dilakukan uji lanjut (Duncan)

Hasil dan Pembahasan

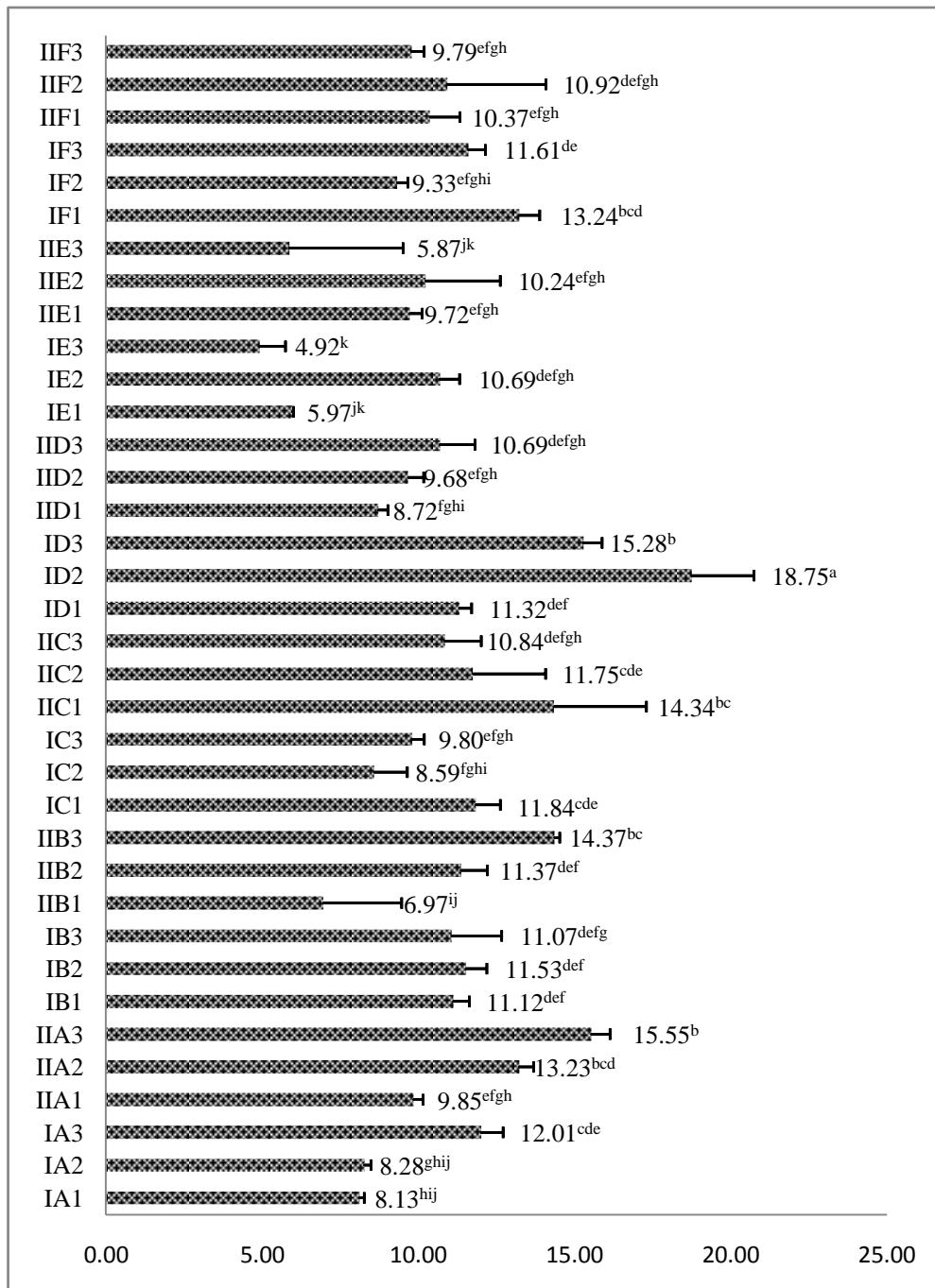
Hasil

Rendemen

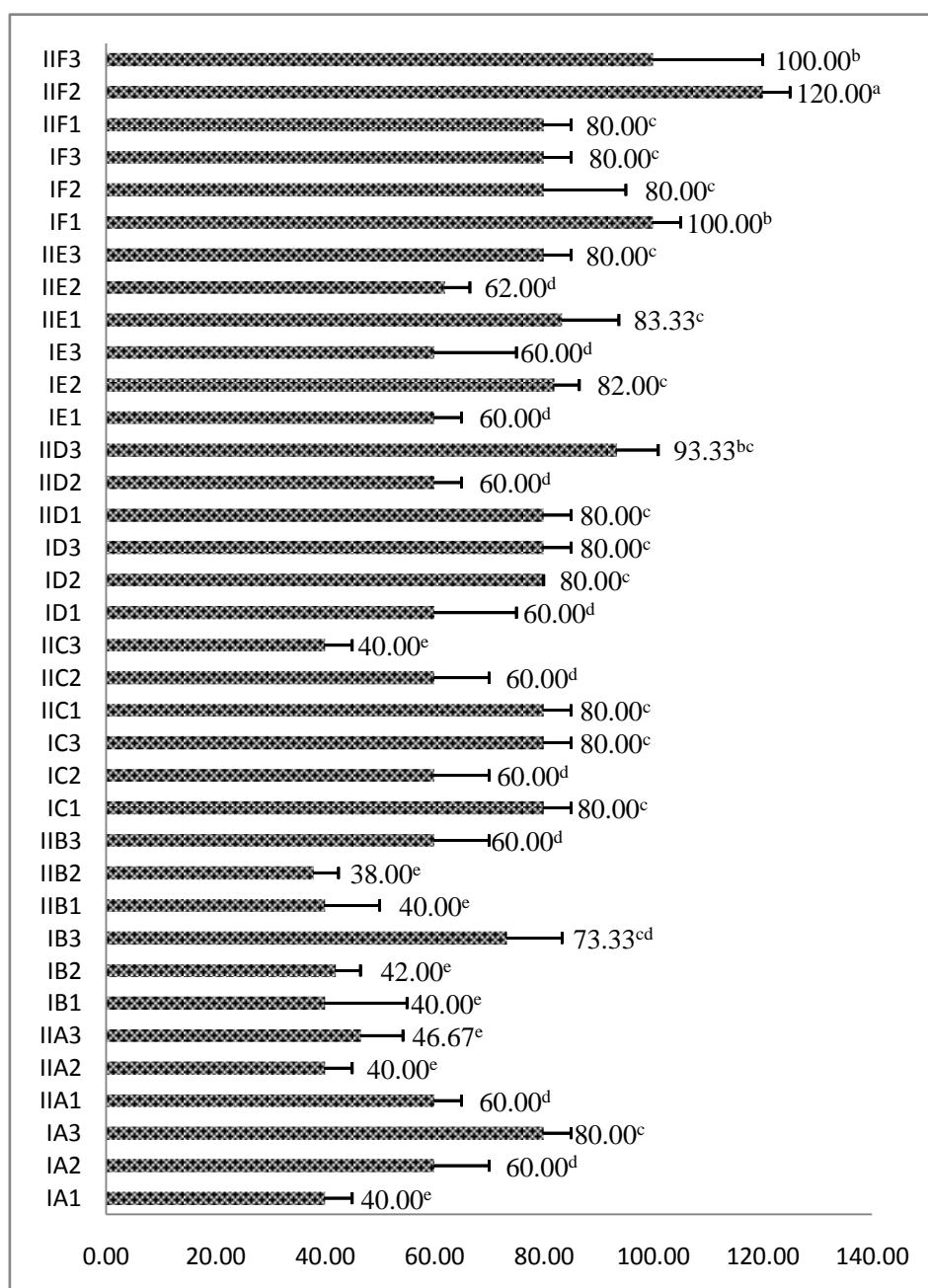
Persentase rendemen minyak ikan dari kulit ikan patin didapatkan dengan membandingkan antara minyak ikan yang diperoleh dengan bobot awal kulit. Persentase hasil perhitungan rendemen minyak ikan dari kulit ikan patin disajikan pada Gambar 1. Nilai rendemen tertinggi didapatkan pada perlakuan suhu ekstraksi 75°C dengan lama ekstraksi 20 menit sebesar $18,75 \pm 0,23\%$, diikuti dengan ekstraksi pada suhu 50°C dengan lama ekstraksi 30 menit sebesar $15,55 \pm 0,33\%$, kemudian suhu 60°C dengan lama ekstraksi 30 menit sebesar $14,37 \pm 0,16\%$. Hasil uji Anova menunjukkan perbedaan perbandingan suhu berpengaruh nyata terhadap persentase rendemen ($p < 0,05$), sedangkan perbedaan perbandingan pelarut dan waktu ekstraksi tidak berpengaruh nyata terhadap persentase rendemen ($P > 0,05$), Interaksi antar faktor perlakuan suhu dan waktu ekstraksi berpengaruh nyata terhadap persentase rendemen ($p < 0,05$), sementara interaksi faktor yang lainnya tidak berpengaruh nyata terhadap persentase rendemen ($P > 0,05$).

Nilai bilangan peroksida

Uji bilangan peroksida ditujukan untuk melihat berapa besar kandungan hidroperoksida pada minyak yang merupakan produk primer dari proses oksidasi (Aidos *et al.*, 2001). Semakin besar kandungan hidroperoksida pada minyak maka menunjukkan semakin banyak kerusakan yang terjadi pada minyak tersebut dan kecenderungan untuk minyak menjadi tengik. Hidroperoksida adalah produk dari oksidasi pada minyak ikan yang terjadi ketika reaksi otooksidasi terminasi. Aidos *et al.* (2002) menyatakan nilai peroksida sangat tergantung pada suhu saat ekstraksi. Nilai bilangan peroksida dapat dilihat pada Gambar 2. Nilai peroksida terendah pada penelitian ini adalah sebesar $38 \pm 4,5$ meq/kg pada perlakuan suhu ekstraksi 60°C selama 20 menit. Hasil uji Anova menunjukkan perbedaan perbandingan suhu dan waktu berpengaruh nyata terhadap nilai peroksida ($p < 0,05$), sedangkan perbedaan perbandingan pelarut tidak berpengaruh nyata terhadap nilai peroksida ($P > 0,05$), Interaksi antar faktor perlakuan suhu dan waktu ekstraksi berpengaruh nyata terhadap nilai peroksida ($p < 0,05$), sementara interaksi faktor yang lainnya tidak berpengaruh nyata terhadap persentase rendemen ($P > 0,05$).



Gambar 1. Persentase rendemen minyak dari kulit ikan patin. keterangan: Sumbu Y perlakuan (I) perbandingan pelarut dan bahan 1:1, (II) 2:1, (A) suhu 50°C, (B) 60°C, (C) 70°C, (D) 75°C, (E) 85°C, (F) 95°C, (1) 10 menit, (2) 20 menit, dan (3) 30 menit waktu ekstraksi. Sumbu X adalah nilai persentase rendemen minyak dari kulit ikan patin (%), Huruf superscript berbeda yang mengikuti angka menandakan perbedaan nyata.

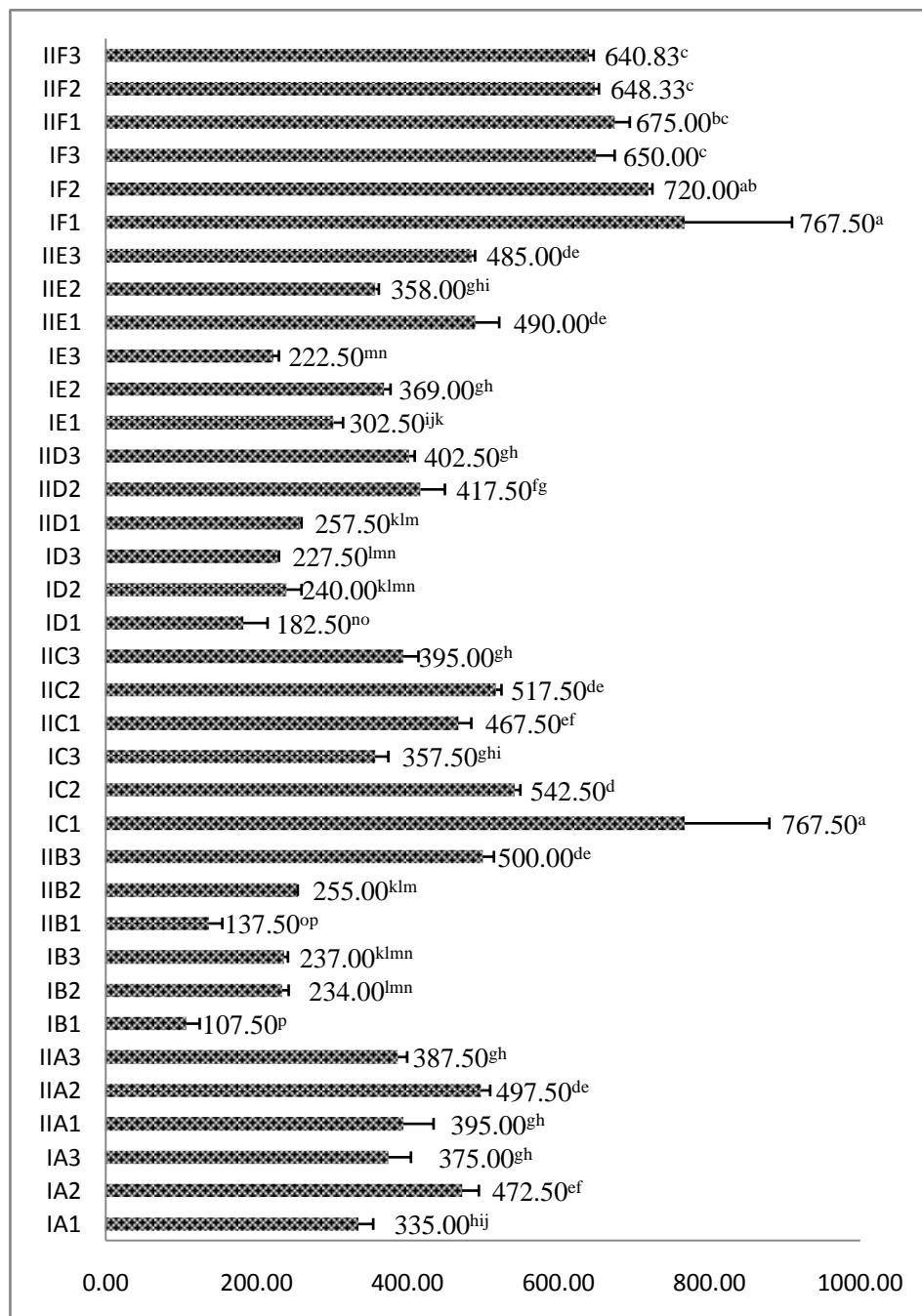


Gambar 2. Nilai peroksida (meq/kg) minyak ikan dari kulit ikan patin
 keterangan: Sumbu Y perlakuan (I) perbandingan pelarut dan bahan 1:1, (II) 2:1, (A) suhu 50°C, (B) 60°C, (C) 70°C, (D) 75°C, (E) 85°C, (F) 95°C, (1) 10 menit, (2) 20 menit, dan (3) 30 menit waktu ekstraksi.
 Sumbu X adalah nilai bilangan peroksida minyak dari kulit ikan patin (meq/Kg). Huruf superscript berbeda yang mengikuti angka menandakan perbedaan nyata

Nilai p-anisidine

Nilai anisidine adalah oksidasi sekunder yang dikarakterisasi oleh degradasi lemak yang diinisiasi oleh hidroperoksida, sehingga menghasilkan produk sampingan karbonil yang bersifat yang non-volatile (Aidos *et al.* 2003). Nilai p-anisidine dapat menentukan keberadaan aldehid dalam minyak, karena menurut O'Brien (2009) aldehid didalam minyak dan reagen p-anisidine bereaksi dalam kondisi asam dan ekspresi warna pada minyak sangat tergantung kepada jumlah aldehid dan strukturnya. Menurut Hamilton *et al.* (1988) minyak yang berkualitas bagus harus memiliki nilai anisidine dibawah 20 meq/kg. data hasil analisis nilai p-anisidine disajikan pada Gambar 3. Nilai p-anisidine terendah sebesar $107,5 \pm 17,5$ meq/kg didapatkan pada perlakuan suhu ekstraksi 60°C dengan lama ekstraksi 10 menit. Hasil uji Anova menunjukkan perbedaan perbandingan suhu dan waktu berpengaruh nyata terhadap nilai p-anisidine ($P < 0,05$), sedangkan perbedaan perbandingan pelarut tidak

berpengaruh nyata terhadap nilai p-anisidine ($P>0,05$), Interaksi antar faktor perlakuan suhu dan waktu ekstraksi berpengaruh nyata terhadap nilai p-anisidine ($P<0,05$), sementara interaksi faktor yang lainnya tidak berpengaruh nyata terhadap nilai p-anisidine ($P>0,05$).



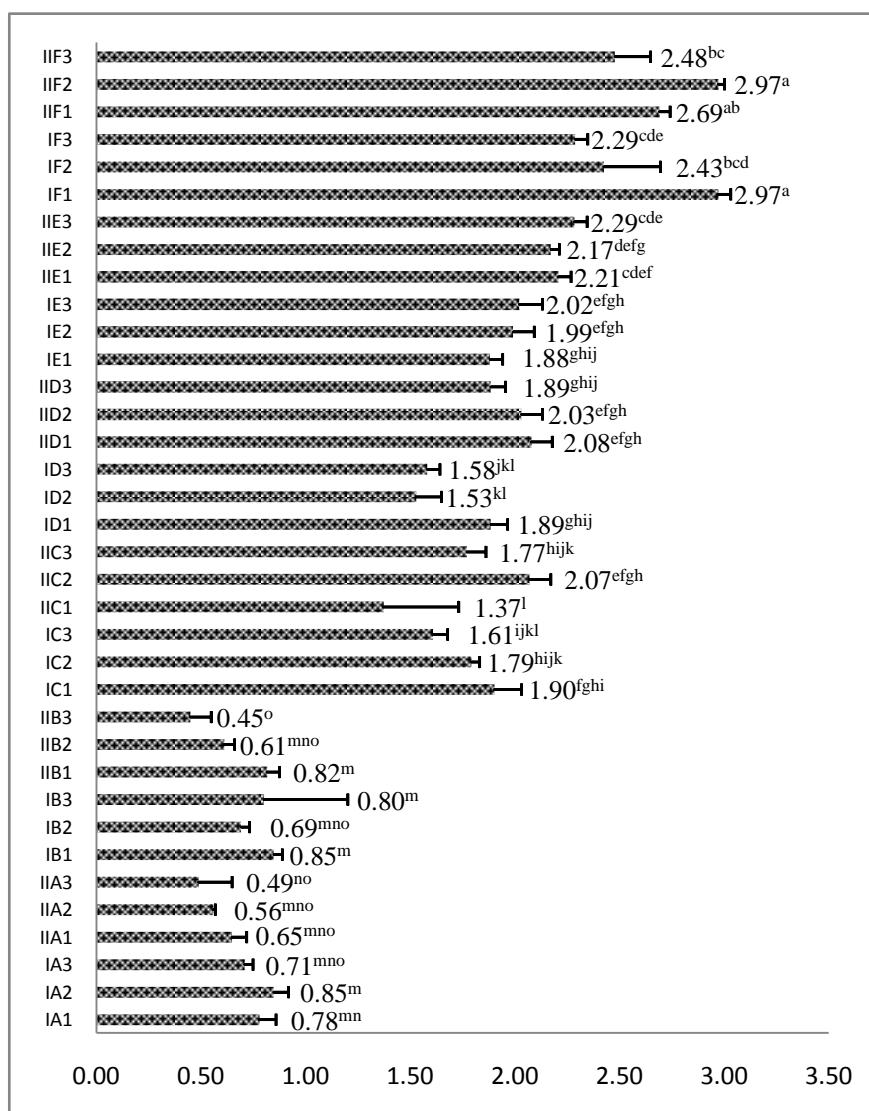
Gambar 3. Nilai p-anisidine (meq/kg) minyak ikan dari kulit ikan patin

keterangan: Sumbu Y perlakuan (I) perbandingan pelarut dan bahan 1:1, (II) 2:1, (A) suhu 50°C, (B) 60°C, (C) 70°C, (D) 75°C, (E) 85°C, (F) 95°C, (1) 10 menit, (2) 20 menit, dan (3) 30 menit waktu ekstraksi. Sumbu X adalah nilai p-anisidine minyak dari kulit ikan patin (meq/Kg). Huruf superscript berbeda yang mengikuti angka menandakan perbedaan nyata.

Nilai asam lemak bebas (FFA)

Asam lemak bebas sangat berkaitan dengan *flavour* yang kurang menarik pada minyak. Pada industri pengolahan minyak ikan nilai FFA sangat berkaitan dengan jumlah alkali yang digunakan pada proses pemurnian (Sathivel *et al.* 2003). FFA adalah produk dari reaksi hidrolisis triasilglicerida, dan sangat erat

kaitannya dengan proses penyimpanan. Hasil uji FFA disajikan pada Gambar 4. Berdasarkan data pada Gambar 4 nilai FFA terendah dan sebesar $0,45 \pm 0,1$ % didapatkan pada perlakuan suhu ekstraksi 60°C dengan lama ekstraksi 30 menit. Hasil uji Anova menunjukkan perbedaan perbandingan suhu dan waktu berpengaruh nyata terhadap nilai FFA ($P < 0,05$), sedangkan perbedaan perbandingan pelarut tidak berpengaruh nyata terhadap nilai FFA ($P > 0,05$), Interaksi antar faktor perlakuan suhu dan waktu ekstraksi berpengaruh nyata terhadap nilai FFA ($P < 0,05$), sementara interaksi faktor yang lainnya tidak berpengaruh nyata terhadap nilai FFA ($P > 0,05$).



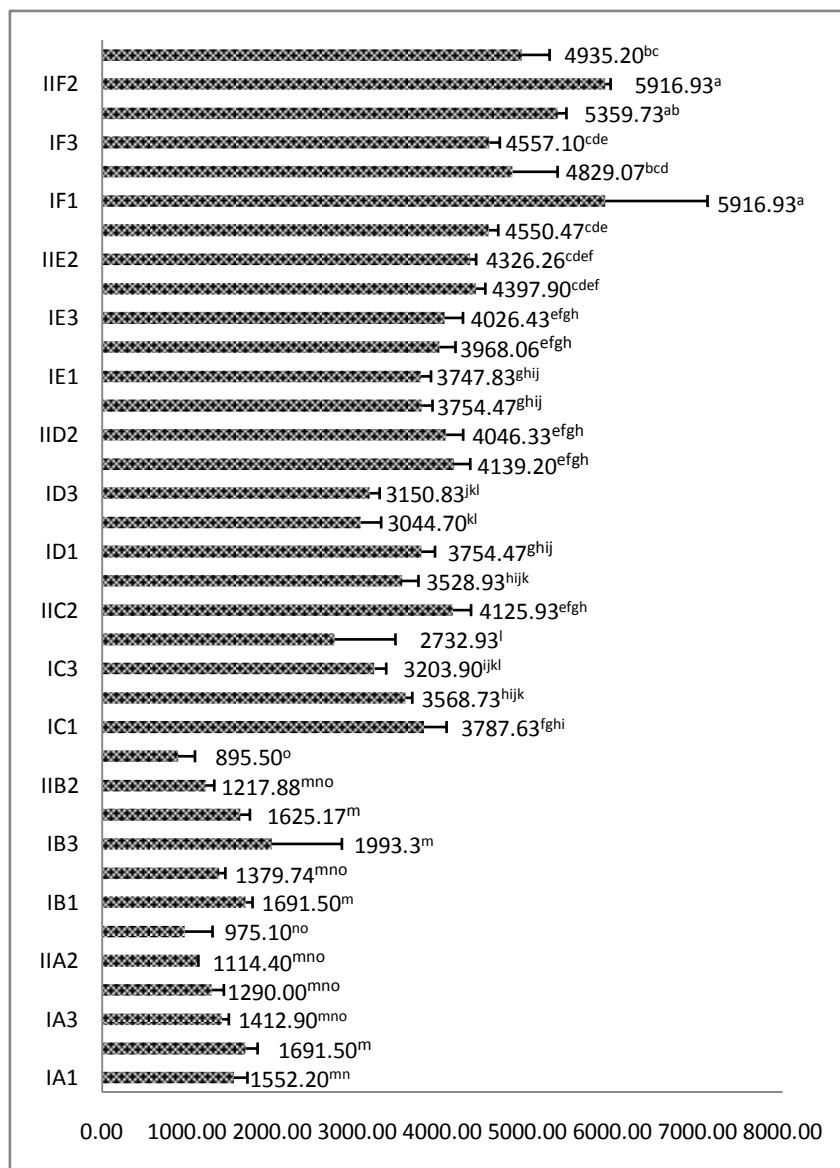
Gambar 4. Nilai FFA (%) minyak ikan dari kulit ikan patin

keterangan: Sumbu Y perlakuan (I) perbandingan pelarut dan bahan 1:1, (II) 2:1, (A) suhu 50°C , (B) 60°C , (C) 70°C , (D) 75°C , (E) 85°C , (F) 95°C , (1) 10 menit, (2) 20 menit, dan (3) 30 menit waktu ekstraksi. Sumbu X adalah nilai FFA minyak dari kulit ikan patin (%). Huruf superscript berbeda yang mengikuti angka menandakan perbedaan nyata.

Nilai bilangan asam/ acid value

Bilangan asam atau *Acid value* sangat erat sekali hubungannya dengan nilai asam lemak bebas (FFA). Nilai bilangan asam didapatkan dengan perkalian konstanta 1,99 dengan nilai asam lemak bebas (FFA). Nilai bilangan asam yang didapatkan dari penelitian ini disajikan pada Gambar 5. Nilai bilangan asam terendah sebesar $895,5 \pm 199$ mg KOH/kg didapatkan pada perlakuan suhu ekstraksi 60°C dengan lama ekstraksi 30 menit. Hasil ini jauh lebih rendah dari standar IFOS yang menyatakan minyak layak konsumsi harus memiliki nilai bilangan asam dibawah 2250 mg KOH/kg. Hasil uji Anova menunjukkan perbedaan perbandingan suhu dan waktu berpengaruh nyata terhadap nilai bilangan asam ($P < 0,05$), sedangkan perbedaan perbandingan pelarut tidak

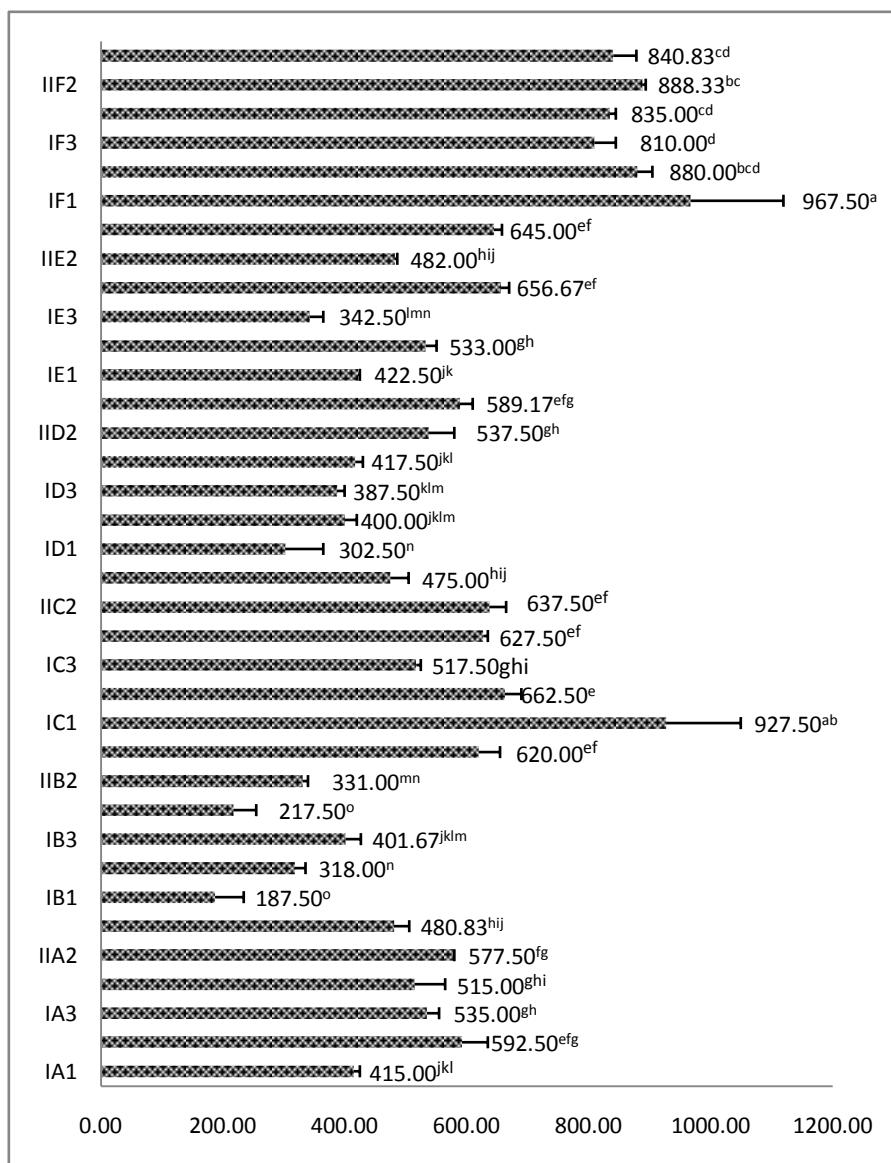
berpengaruh nyata terhadap nilai bilangan asam ($P>0,05$), Interaksi antar faktor perlakuan suhu dan waktu ekstraksi berpengaruh nyata terhadap nilai bilangan asam ($P<0,05$), sementara interaksi faktor yang lainnya tidak berpengaruh nyata terhadap nilai bilangan asam ($P>0,05$).



Gambar 5. Nilai *acid value* (mg KOH/kg) minyak ikan dari by-product ikan patin keterangan: Sumbu Y perlakuan (I) perbandingan pelarut dan bahan 1:1, (II) 2:1, (A) suhu 50°C, (B) 60°C, (C) 70°C, (D) 75°C, (E) 85°C, (F) 95°C, (1) 10 menit, (2) 20 menit, dan (3) 30 menit waktu ekstraksi. Sumbu X adalah nilai bilangan peroksida minyak dari kulit ikan patin (mg KOH/Kg). Huruf superscript berbeda yang mengikuti angka menandakan perbedaan nyata.

Nilai total oksidasi (TOTOX)

Nilai totox adalah hubungan oksidasi primer dan sekunder yang didapatkan dengan menjumlahkan dua kali nilai peroksida dengan nilai anisidine (Perrin, 1996). Nilai total oksidasi yang didapatkan pada penelitian ini disajikan pada Gambar 6. Nilai total oksidasi terendah yang didapatkan pada penelitian ini adalah sebesar $187,5 \pm 47$ meq/kg yang dihasilkan pada perlakuan suhu ekstraksi 60°C dengan lama ekstraksi 10 menit. Hasil uji Anova menunjukkan perbedaan perbandingan suhu dan waktu berpengaruh nyata terhadap nilai total oksidasi ($P<0,05$), sedangkan perbedaan perbandingan pelarut tidak berpengaruh nyata terhadap nilai total oksidasi ($P>0,05$), Interaksi antar faktor perlakuan suhu dan waktu ekstraksi berpengaruh nyata terhadap nilai total oksidasi ($P<0,05$), sementara interaksi faktor yang lainnya tidak berpengaruh nyata terhadap nilai total oksidasi ($P>0,05$).



Gambar 6. Nilai Total Oksidasi (TOTOX) minyak ikan dari kulit ikan patin keterangan: Sumbu Y perlakuan (I) perbandingan pelarut dan bahan 1:1, (II) 2:1, (A) suhu 50°C, (B) 60°C, (C) 70°C, (D) 75°C, (E) 85°C, (F) 95°C, (1) 10 menit, (2) 20 menit, dan (3) 30 menit waktu ekstraksi. Sumbu X adalah nilai total oksidasi (TOTOX) minyak dari kulit ikan patin (meq/Kg). Huruf superscript berbeda yang mengikuti angka menandakan perbedaan nyata.

Penentuan profil asam lemak minyak ikan dari kulit ikan patin

Penentuan profil asam lemak dilakukan untuk menentukan kandungan asam lemak baik itu asam lemak jenuh/ *Saturated Fatty Acid* (SFA), asam lemak tak jenuh tunggal/ *Monounsaturated Fatty Acid* (MUFA), dan asam lemak tak jenuh majemuk/ *Polyunsaturated fatty Acid* (PUFA). Data Profil asam lemak minyak ikan dari kulit ikan patin disajikan dalam Tabel 6. Data pada Tabel 6 menunjukkan persentase profil asam lemak jenuh/ *Saturated Fatty Acid* (SFA) dari minyak kulit ikan patin. Asam lemak jenuh asam palmitat merupakan bagian terbesar dari SFA yaitu sebesar 20,68%. Persentase profil asam lemak tak jenuh tunggal/ *Mono Unsaturated Fatty Acid* (MUFA) tertinggi dari minyak kulit ikan patin adalah asam oleat sebesar 18,82%. Persentase asam lemak tak jenuh majemuk/*Poly Unsaturated Fatty Acid* (PUFA) tertinggi adalah asam linoleate sebesar 6,49%.

Tabel 6. Persentase profil asam lemak minyak ikan dari kulit ikan patin (*Pangasius hypophthalmus*)

Nama asam lemak	Struktur	Minyak ikan kulit ikan patin
Asam laurat	C12:0	0,26
Asam tridekanoat	C13:0	0,02
Asam miristat	C14:0	3,00
Asam pentadekanoat	C15:0	0,03
Asam palmitat	C16:0	20,68
Asam heptadekanoat	C17:0	0,94
Asam stearat	C18:0	5,97
Asam arakidat	C20:0	0,2
Asam heneikosanoat	C21:0	0,05
Asam behenat	C22:0	0,09
Asam trikosanoat	C23:0	0,05
Asam lignoserat	C24:0	0,05
Total SFA		31,34
Asam miristoleat	C14:1	0,16
Asam Cis-10-Pentadecanoat	C15:1	-
Asam palmitoleat	C16:1	4,25
Asam cis-10-heptadecanoat	C17:1	-
Asam Elaidat	C18:1n9t	0,09
Asam oleat	C18:1n9c	18,82
Asam cis-11-eicosenoat	C20:1	0,53
Asam erukat	C22:1n9	0,04
Asam nervonat	C24:1	0,04
Total MUFA		23,93
Asam linoleat	C18:2n6c	6,49
Asam cis-11.14-eicosadienoat	C20:2	0,36
Asam cis-13. 16-docosadienoat	C22:2	0,03
Asam Y-linolenat	C18:3n6	0,53
Asam linolenat	C18:3n3	0,33
Asam eicosatrienoat	C20:3n6	0,98
Asam arachidonat	C20:4n6	0,64
Asam eicosapentaenoat (EPA)	C20:5n3	1,01
Asam docosahexaenoat (DHA)	C22:6n3	1,57
Total PUFA		11,94

Pembahasan

Rendemen minyak ikan yang didapatkan dalam penelitian ini dinilai belum optimal bila dibandingkan dengan penelitian yang dilakukan Zuta *et al.* (2008) yang berhasil mendapatkan ekstraksi dengan rendemen sebesar 38 % dari limbah kulit ikan mackerel. Hal ini kemungkinan disebabkan perbedaan jenis antara ikan laut dan ikan air tawar, terutama dari segi makanan. Hasil ini sesuai dengan penelitian Thammapat *et al.* (2010) yang menyatakan bahwa kandungan lipid terbesar pada ikan patin terdapat pada jeroan, hingga mencapai 93,32%. Kandungan minyak ikan pada ikan patin sangat tergantung dari banyak faktor antara lain, musim, jenis kelamin, serta pakan yang diberikan selama budidaya, dimana kandungan lemak dapat bervariasi di setiap bagian tubuh ikan tergantung kepada pergerakan, ukuran kolam serta pakan Nakamura *et al.* (2007). Hasil uji Anova menunjukkan perbedaan perbandingan suhu berpengaruh nyata terhadap persentase rendemen ($p<0,05$), sedangkan perbedaan perbandingan pelarut dan waktu ekstraksi tidak berpengaruh nyata terhadap persentase rendemen ($P>0,05$), Interaksi antar faktor perlakuan suhu dan waktu ekstraksi berpengaruh nyata terhadap persentase rendemen ($P<0,05$), sementara interaksi faktor yang lainnya tidak berpengaruh nyata terhadap persentase rendemen ($P>0,05$).

Nilai oksidasi sangat penting sebagai indikator mutu minyak, semakin rendah nilai oksidasi primer dan sekunder, maka kualitas minyak semakin baik. Menurut regulasi European Comission (2006) kualitas minyak ikan seperti asam lemak bebas, kadar air, warna, nilai p-anisidine, dan nilai peroksidasi sangat menentukan harga minyak ikan tersebut di pasaran. Nilai peroksidasi terendah adalah sebesar $38 \pm 4,5$ meq/kg pada perlakuan suhu ekstraksi 60°C selama 20 menit. Hasil yang didapatkan pada penelitian ini hampir mendekati standar nilai rekomendasi layak untuk konsumsi menurut Bimbo (1998), yang menyebutkan bahwa nilai peroksidasi minyak layak konsumsi berkisar antara 3-20 meq/kg. Namun hasil ini masih jauh dari standar yang ditetapkan oleh BPOM-RI dan Famakope Indonesia, yaitu nilai peroksidasi harus dibawah 5 meq/kg. Sementara menurut *International Fish Oil Standard* (IFOS) nilai bilangan peroksidasi harus dibawah 3,75 meq/kg untuk masuk kedalam kategori minyak layak konsumsi.

Nilai p-anisidine yang didapatkan pada penelitian ini masih jauh dari standar minyak ikan yang layak konsumsi dengan nilai p-anisidine dibawah 20 meq/kg (Hamilton *et al.*, 1988), 4-60 meq/kg (Bimbo, 1998), ≤ 15 meq/kg (IFOS). Nilai p-anisidine yang masih tinggi diduga karena minyak ikan yang didapatkan dari penelitian ini masih bersifat *crude fish oil*, dan belum mengalami proses pemurnian.

Hasil asam lemak bebas pada penelitian ini jauh lebih rendah dari nilai rekomendasi minyak ikan layak konsumsi menurut Bimbo (1998) sebesar 1-7%. Sementara Farmakope Indonesia menyarankan untuk minyak layak konsumsi sebaiknya nilai asam lemak bebasnya $\leq 2\%$. Hasil nilai bilangan asam pada penelitian ini jauh lebih rendah dari standar IFOS yang menyatakan minyak layak konsumsi harus memiliki nilai bilangan asam dibawah 2250 mg KOH/kg. Hasil nilai TOTOX yang didapatkan pada penelitian ini masih lebih tinggi dari rekomendasi Bimbo (1998) yang menyatakan nilai TOTOX untuk minyak layak konsumsi berkisar antara 10-60 meq/kg. Sementara IFOS menyatakan minyak layak konsumsi harus memiliki nilai TOTOX dibawah 20 meq/kg.

Menurut Rubio-Rodriguez *et al.* (2008) pengujian kualitas minyak ikan, terutama nilai *acid value* dan nilai total oksidasinya (TOTOX) sangat penting untuk dilakukan, karena terkadang nilai uji yang lainnya seperti warna dan asam lemak bebas cenderung bernilai serupa walaupun menggunakan metode ekstraksi yang berbeda. *Acid value* adalah parameter penting untuk menentukan keberadaan nilai FFA dan komponen asam non-lemak lainnya. *Acid value* sangat bergantung kepada komposisi minyak, metode ekstraksi dan kesegaran bahan mentah (Mohanarangan, 2012). Nilai *acid value* menentukan berapa mg basa yang digunakan untuk menetralkan 1g minyak. Meningkatnya ketengikan minyak adalah karena perubahan triasilglicerida (TAG) menjadi asam lemak bebas dan gliserol.

Persentase profil asam lemak jenuh/ *Saturated Fatty Acid* (SFA) dari minyak kulit ikan patin yang didapat dari penelitian ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan Crexi *et al.* (2010) yang menyatakan bahwa asam palmitat merupakan asam lemak jenuh yang dominan dengan komposisi 50% dari total asam lemak jenuh. Tingginya kandungan asam lemak oleat, palmitoleat, dan arakidonat merupakan karakteristik khas minyak ikan yang berasal dari ikan perairan tawar Crexi *et al.* (2010). Penelitian Orban *et al.* (2008) menyatakan kandungan asam lemak pada ikan patin vietnam/ *sutchi catfish* didominasi oleh asam lemak jenuh sebesar 41,1-47,8% dari total asam lemak, dengan asam palmitat dan stearat yang memiliki persentase paling tinggi masing-masing 27,5-28,8% dan 8,9-15,4% dari total asam lemak jenuh. Thammapat *et al.* (2010) juga menyatakan kandungan SFA pada ikan patin berkisar antara 30,2-36,5% dengan persentase asam lemak dominan adalah asam palmitat dan asam stearat. Asam lemak tak jenuh tunggal oleat merupakan asam lemak yang sangat penting, karena berperan sebagai prekursor asam lemak omega-3 pada hewan (Charles, 2009).

Jumlah omega-6 dan SFA lebih banyak dari jumlah omega-3 yang ditemukan, hal ini karena SFA dan omega-6 biasanya disimpan dalam bentuk lemak, sementara asam lemak omega-3 digunakan sebagai asam lemak fungsional, selain itu pakan patin asia kebanyakan memang mengandung jumlah SFA dan asam lemak omega-6 yang lebih tinggi (Haliloglu *et al.*, 2004). Thammapat *et al.* (2010) juga menyatakan kandungan lemak paling tinggi pada ikan patin terdapat di bagian jeroan, dengan komposisi asam lemak MUFA > SFA > PUFA. Asam lemak dominan dari ikan patin dalam penelitian yang dilakukan oleh Thammapat *et al.* (2010) adalah asam oleat sebesar 31,3-39,1%. Tingginya kandungan asam lemak oleat, palmitoleat, dan arakidonat merupakan karakteristik khas minyak ikan yang berasal dari ikan perairan tawar Crexi *et al.* (2010). Jumlah omega-6 dan SFA lebih banyak dari jumlah omega-3 yang ditemukan, hal ini karena SFA dan omega-6 biasanya disimpan dalam bentuk lemak, sementara asam lemak omega-3 digunakan sebagai asam lemak fungsional (Thammapat *et al.*, 2010). Selain itu pakan ikan patin asia mengandung jumlah SFA dan asam lemak omega-6 yang lebih tinggi (Haliloglu *et al.*, 2004).

Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa metode ekstraksi untuk mendapatkan karakter minyak ikan yang baik dari kulit ikan patin adalah ekstraksi dengan menggunakan suhu 60°C, lama ekstraksi 30 menit, dan perbandingan bahan dan pelarut 1:1.

Daftar Pustaka

- Aidos, I., J.B. Luten, R.M. Boom, A.V. Padt. 2001. Upgrading of Maatjes herring by-products: Production of crude fish oil. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 49. 3697-3704. DOI: 10.1021/jf001513s.
- Aidos, I., A. van-der-Padt, R.M. Boom, J.B. Luten. 2002. Seasonal changes in crude and lipid composition of herring fillets, by-products and respective produced oils. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50 (16). 4589-4599. DOI: 10.1021/jf0115995.
- Aidos, I., R. Schelvus-Smit, M.B. Veldnan, J. Luten, A.V.D. Padt, R.M. Boom. 2003. Chemical and sensory evaluation of crude oil extracted from Herring by-products from different processing operations. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51(7). 1897–1903. DOI: 10.1021/jf020684p.
- [AOAC] Association of Official Analytical Chemist. 1995. Official method of analysis of the association of official analytical of chemist. Arlington. Virginia. USA. Published by The Association of Analytical Chemist.Inc.
- [AOAC] Association of Official Analytical Chemist. 2005. Official method of analysis of the association of official analytical of chemist. Arlington. Virginia. USA. Published by The Association of Analytical Chemist.Inc.
- Bimbo, A.P. 1998. Guidelines for characterizing food-grade fish oil. *Inform*, 9:473-483.
- Chantachum, S., S. Benjakul, N. Sriwirat. 2000. Separation and quality of fish oil from precooked and non-precooked tuna heads. *Food Chemistry*, 69(3): 289-294. DOI:10.1016/S0308-8146(99)00266-6.
- Charles, E.O. 2009. Virtual Chembook. Elmhurst College. <http://www.elmhurst.edu/~chm/vchembook/index.html>. (4 September 2013).
- Christie, W.W. 2003. Lipid extraction, storage and sample handling. In: Lipid analysis- isolation, separation, identification and structural analysis of lipids (3rd edition), Christie (ed). Oily Press, England, 97-102.
- Crexi, V.T., L.M. Maurucio, AdZs Leonor, A.A.P. Luiz. 2010. Production and refinement of oil form carp (*Cyprinus carpio*) viscera. *Food Chemistry*, 119(3). 945-950. DOI:10.1016/j.foodchem.2009.07.050.
- [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.
- Haliloglu, H.I., A. Bayir, A.N. Sirkecioglu, N.M. Aras, M. Atamanalp. 2004. Comparison of fatty acid composition in some tissues of rainbow trout (*Oncorhynchus mykiss*) living in seawater and freshwater. *Food Chemistry*, 86:55–59.
- Hamilton, R.J., C. Kalu, G.P. McNeill. F.B. Padley, J.H. Pierce. 1988. Effects of tocopherols, ascorbyl palmitate and lecithin on autoxidation of fish oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 75(7): 813–821.
- Irianto, H.E. 1992. Fish oil: refining, stability and its use in canned fish for the Indonesian market. [Disertasi] New Zealand: Massey University.
- Mohanarangan, A.B. 2012. Extraction of omega-3 fatty acids from Atlantic herring (*Clupea herengus*). [tesis]. Dalhousie University. Halifax, Nova Scotia.
- Nakamura, Y., M. Ando, M. Seoka, K. Kawasaki, Y. Tsukamasa. 2007. Changes of proximate and fatty acid compositions of the dorsal and ventral ordinary muscles of the full-cycle cultured Pacific bluefin tuna *Thunnus orientalis* with the growth. *Food Chemistry*, 103(1). 234–241. DOI: [10.1016/j.foodchem.2006.07.064](https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.07.064).
- O'Brien, R.D. 2009. Fats and oils. Formulating and processing for applications, 3rd ed., CRC press, London, 213-300.
- Orban, E., N. Teresina, D.L. Gabriella, M. Maurizio, C. Irene, G. Loretta, C. Roberto. 2008. New trends in the seafood market. Sutchi catfish (*Pangasius hypophthalmus*) fillets from Vietnam: Nutritional quality and safety aspects. *Food Chemistry*, 110(2). 383-389. DOI: [10.1016/j.foodchem.2008.02.014](https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.02.014).
- Perrin, J.L. 1996. Determination of alteration. In: Karleskind A, Wolff JP. (Eds.) Oils and fats, Manual vol. 2. Lavoisier Publishing, Paris (France).
- Rubio-Rodríguez, N., S.M. de Diego, S. Beltrán, I. Jaime, M.T. Sanz, J. Rovira. 2008. Supercritical fluid extraction of the omega-3 rich oil contained in hake (*Merluccius capensis*-*Merluccius paradoxus*) by-products: study of the influence of process parameters on the extraction yield and oil quality. *Journal of Supercritical Fluids*, 47 (2), 215-226. DOI: 10.1016/j.supflu.2008.07.007

- Sathivel, S., W. Prinyawiwatkul, J.M. King, C.C. Grimm, S. Lloyd. 2003. Oil production from catfish viscera. Journal of the American Oil Chemists' Society, 80(4). 277–382. DOI: 10.1007/s11746-003-0707-z.
- Thammapat, P., P. Raviyan, S. Siriamornpun. 2010. Proximate and fatty acids composition of the muscles and viscera of Asian catfish (*Pangasius bocourti*). Food Chemistry, 122(1): 223-227. DOI: [10.1016/j.foodchem.2010.02.065](https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.02.065).
- Watson, C.A. 1994. Official and standardized methods of analysis (Third Ed.). Cambridge UK: The Royal Society of Chemistry.
- Wu, T.H., P.J. Bechtel. 2008. Salmon by-product storage and oil extraction. Food Chemistry, 111(4): 868-871. DOI: [10.1016/j.foodchem.2008.04.064](https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2008.04.064).
- Zuta, C.P., Simpson, K. Ben, H.M. Chan, L. Phillips. 2003. Concentrating PUFA from mackerel processing waste. Journal of the American Oil Chemists' Society, 80(9): 933–936 DOI: 10.1007/s11746-003-0799-5.