

## Pembuatan Konsentrat Omega-3 dari Minyak Hati Hiu Botol dengan Metode Kristalisasi Urea

### The Making of Omega-3 Concentrate from Bottle Shark Liver Oil using Urea Crystallization

Anies Chamidah\*<sup>1</sup> & Andaru Wicaksono<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Teknologi Hasil Perikanan, Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan, Universitas Brawijaya, Malang, Jawa Timur, Indonesia

<sup>2</sup>Alumni Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan, Universitas Brawijaya, Malang, Jawa Timur, Indonesia

\*Penulis korespondensi, email: achamidah@ub.ac.id

**Tanggal Submisi:** 04 Oktober 2020; **Tanggal Revisi:** 17 Desember 2021; **Tanggal Penerimaan:** 30 December 2021

**ABSTRAK** Minyak ikan adalah sumber terbaik dari omega-3 khususnya EPA dan DHA yang penting untuk kesehatan manusia. Hati hiu kaya akan minyak, sampai saat ini, pemanfaatannya terbatas sebagai sumber *squalene* atau bahkan dibuang sebagai limbah padahal kandungan asam lemak omega-3nya masih cukup tinggi. Tujuan penelitian ini adalah pembuatan konsentrat omega-3 dari minyak hati ikan hiu. Metode yang digunakan adalah kompleks urea yang dapat memisahkan antara asam lemak jenuh dan tak jenuh dengan perlakuan Aa (rasio urea : asam lemak = 2 :1 suhu 25°C), Ab (rasio urea : asam lemak = 2 :1 suhu 5°C), Ba (rasio urea : asam lemak = 4:1 suhu 25°C) dan Bb (rasio urea : asam lemak = 4 :1 suhu 5°C). Perlakuan terbaik diperoleh pada perlakuan rasio urea: minyak ikan (4:1) dengan suhu pengadukan 5°C (Ba) menghasilkan rendemen sebesar 28,78% dan bilangan iod sebesar 182,48 g/100g serta kadar EPA sebesar 20,04% dan DHA sebesar 13,59% dengan total asam lemak PUFA sebesar 35,78%. Kesimpulannya pembuatan konsentrat omega-3 dari minyak hati hiu botol dengan metode kristalisasi urea layak diupayakan.

**Kata kunci:** EPA; DHA; Konsentrat Omega-3; kristalisasi urea; minyak hati hiu botol

**ABSTRACT** Fish oil is the best source of omega-3, especially EPA and DHA, important for human health. Shark liver is rich in oil. Nowadays, shark liver is limited only as a source of squalene or even disposed of as waste even though the content of omega-3 fatty acids is still quite high. Therefore, this study aims to produce omega-3 concentrates from Dwarf Gulper shark. The method used is a urea complex which can separate saturated and unsaturated fatty acids by treatment with Aa (urea ratio:fatty acids = 2:1 at 25°C), Ab (urea ratio:fatty acids = 2:1 at 5°C), Ba ( the ratio of urea:fatty acids = 4:1 temperature 25°C) and Bb (ratio of urea:fatty acids = 4:1 temperature 5°C). The best treatment was obtained in treating the urea and fish oil ratio in 4 to 1, with a stirring temperature of 5°C (Ba). It resulted in a yield of 28.78% and an iodine value of 182.48 g/100g and levels of EPA of 20.04% and DHA of 13.59% with a total PUFA fatty acid of 35.78%. In conclusion, the manufacture of omega-3 concentrate from Dwarf Gulper shark liver oil using the urea crystallization method is feasible.

**Keywords:** EPA; DHA; omega-3 concentrate; urea crystallization; bottle shark liver oil

## PENDAHULUAN

Saat ini, pemanfaatan produk sampingan yang dihasilkan dari pengolahan ikan merupakan isu yang relevan untuk pembangunan perikanan yang berkelanjutan (Lamas & Massa, 2019). *By product* industry pengolahan ikan memiliki potensi untuk diolah menjadi minyak ikan. Penelitian sebelumnya menyatakan bahwa proporsi lipid dari produk sampingan terutama hati, masih tinggi (Sellami et al., 2018), disebabkan hati merupakan tempat metabolisme lemak (Efendi et al., 2020). Minyak hati ikan hiu (SLO) adalah sumber alami n-3 PUFA (Peixoto et al., 2020), serta berbagai bahan aktif, antara lain vitamin A, vitamin D, dan squalene terpenoid (Ma et al., 2010). Biasanya berat hati ikan sekitar 4-9% dari berat ikan dengan kandungan minyak sekitar 45-67% (Lubis & Nova, 2013). Tetapi Hati hiu/ cucut dapat mencapai 20% dari berat tubuhnya (Navarro et al., 2000). Khusus hiu botol (*Centrophorus antromarginatus*) dengan panjang tubuh 1,5 meter dan berat 50 kg mengandung minyak di dalam hatinya sekitar 85% dengan kadar Squalene lebih dari 80% (Jimenez, 2021).

Kehadiran EPA dan DHA dalam diet mampu menurunkan kadar kolesterol, mengurangi resiko thrombosis, serta mencegah kardiovaskular (antiaterotrombotik, antiaritmik dan antihipertensi), inflammasi, penyakit autoimun dan kelainan syaraf tertentu (Poudyal et al., 2011). Demikian juga Kapoor & Patil (2011) menyatakan bahwa PUFA memainkan peran mendasar dalam pengembangan dan berfungsinya sistem saraf, peradangan dan kekebalan, dengan implikasi untuk penyakit neuro degeneratif.

Efek menguntungkan bagi kesehatan ini membangkitkan minat yang besar untuk memperoleh konsentrat EPA dan DHA yang tinggi. Disebabkan asupan konsentrat n-3-PUFA akan lebih baik daripada konsumsi langsung minyak ikan karena kandungan asam lemak jenuh (SFA) nya yang rendah serta menjaga asupan lemak total tetap rendah (Mbatia et al., 2010).

Berbagai upaya dilakukan untuk memproduksi konsentrat minyak ikan dengan persentase EPA dan DHA yang tinggi, seperti ekstraksi cairan superkritis, kristalisasi beku, kompleksasi urea, distilasi molekuler, kompleksasi ion perak,

konsentrasi lipase dan kromatografi cair kinerja tinggi (Chakraborty *et al.*, 2010). Namun, teknik paling sederhana dan paling efisien untuk mendapatkan konsentrat PUFA dalam bentuk asam lemak bebas adalah metode kompleksasi urea (Patil & Nag, 2011). Kompleksasi urea ini telah digunakan untuk mengkonsentrasikan asam lemak n-3 (FA) dari minyak hasil samping penepungan lemuru (Ulilbab & Estiasih, 2012), minyak ikan lele (Thammapat *et al.*, 2016), minyak limbah pengalengan tuna (Suriani & Komansila, 2019), salmon komersial (Dovale-Rosabal *et al.*, 2019) dan minyak ala muncar (Maulana *et al.*, 2020).

Keuntungan kompleksasi urea adalah kristal yang dikomplekskan sangat stabil, sehingga filtrasi tidak harus dilakukan pada suhu yang sangat rendah yang memerlukan kristalisasi pelarut asam lemak (Suriani *et al.*, 2014). Teknik ini juga disukai oleh banyak peneliti dan pabrik minyak ikan karena kompleksasinya tergantung pada bentuk, ukuran, geometri dan konfigurasi bagian asam lemak karena adanya ikatan rangkap ganda, daripada sifat fisik murni seperti titik leleh atau kelarutan (Patil & Nag, 2011). Aplikasi utama dari metode ini adalah pemisahan asam lemak jenuh dan asam lemak tak jenuh tunggal dari PUFA (Patil, 2014). Dalam penelitian ini belum diketahui berapa banyak asam lemak omega-3 (PUFA) yang dapat terpisahkan dari minyak hati ikan hiu botol diluar squalennya dengan metode kristalisasi urea.

Cara kristalisasi urea dipengaruhi oleh rasio urea terhadap asam lemak, lama kristalisasi dan suhu kristalisasi. Tulisan ini memaparkan hasil terbaik rasio urea asam lemak dan suhu kristalisasi. Dengan demikian diharapkan asam lemak tak jenuh dalam hati ikan hiu botol tidak terbuang sia-sia setelah diambil squalennya karena masih mengandung senyawa omega-3 yang sangat bermanfaat bagi kesehatan.

## BAHAN DAN METODE

### Bahan

Crude minyak hati ikan hiu botol (*Centrophorus* sp.) diperoleh dari hiu di perairan Manado, bahan lainnya adalah aquadest, urea, indikator pati, bentonit (grade teknis), indikator PP, NaOH & KOH (Sigma), asam asetat glasial, larutan KI jenuh, NaCl, kloroform, dan alkohol netral 96% (E-Merck), semua bahan kimia dalam kondisi pa.

### Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah timbangan digital (Quattro), shaker waterbath Memmert, glassware, hotplate IKAMAG® RET, magnetic stirrer, centrifuge, evaporator IKA® RV 10, pendingin balik dan GC-MS (Agilent 7890A).

### Parameter uji

Bilangan peroksida (AOAC 2005), Free fatty acid (FFA) dan bilangan asam (AOCS, 1998), bilangan iod (AOAC, 1999) pada crude dan pure minyak hati hiu sedangkan konsentrat omega-3 dianalisis rendemen dan profil asam lemaknya menggunakan gas chromatography dengan detektor flame ionization detector (FID) mengacu pada metode AOAC 969.33 (AOAC, 2005).

### Metode penelitian

#### Ekstraksi crude minyak hati ikan hiu

Ekstraksi ini mengikuti Damongilala (2008) dengan sedikit modifikasi. Minyak hati ikan hiu diperoleh dengan cara

memisahkan organ hati dari tubuh ikan hiu botol sesaat setelah ikan didaratkan, kemudian tanpa dicuci dengan air hati dibelah melebar dan diletakkan pada Loyang. Selanjutnya loyang diletakkan di bawah sinar matahari dengan posisi agak miring sekitar 30°C. Penjemuran dilakukan selama sekitar tujuh hari, 5-7 jam per hari. Minyak yang menetes ke bagian bawah loyang ditampung dalam botol plastik tidak tembus cahaya setelah disaring dengan kain blacu.

#### Pemurnian minyak ikan

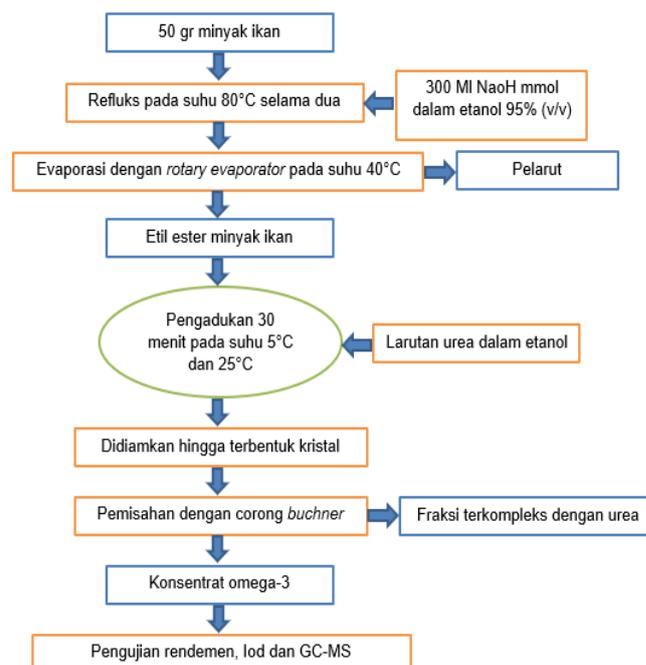
Proses pemurnian mengikuti Permadi (1999) meliputi 3 tahapan, yaitu (a) proses degumming (pemisahan bagian bukan minyak) yang merupakan proses penambahan 40% larutan NaCl 8% pada crude minyak hati hiu pada suhu 70°C selama 15 menit, disertai pengadukan menggunakan waterbath. Langkah selanjutnya adalah (b) proses netralisasi (memisahkan asam-asam lemak bebas). Pada proses ini, dilakukan penambahan NaOH 1N ke dalam minyak hasil degumming pada suhu 60°C selama 15 menit menggunakan waterbath. Jumlah NaOH yang digunakan dihitung berdasarkan hasil analisis FFA. Rumus untuk menghitung jumlah NaOH adalah sebagai berikut:

$$\%NaOH = \%FFA \times 0,142$$

Setelah penambahan NaOH, campuran minyak didiamkan selama 5 jam. Selanjutnya sabun yang terbentuk didekantasi untuk memisahkan minyak dengan sabun. Jika masih terdapat sisa-sisa sabun, ditambahkan air panas pada minyak dan dibiarkan sampai terjadi pemisahan antara minyak dan air. Selanjutnya airnya dibuang. Pada proses ketiga, yaitu (c) Tahap pemucatan, dilakukan penambahan bentonit 6% pada minyak yang bersuhu 60°C dan pengadukan selama 20 menit. Kemudian didiamkan sampai bentonit mengendap selanjutnya dipisahkan.

#### Kristalisasi urea

Metode pembuatan kristalisasi urea asam lemak omega-3 dilakukan mengikuti metode Zhang *et al.* (2012) seperti terlihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Proses pembuatan konsentrat omega-3.

### Rancangan percobaan

Rancangan percobaan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Rancangan Acak Lengkap (RAL) sederhana terhadap dua rasio urea dan asam lemak yang berbeda (2:1 dan 4:1) pada suhu 25°C dan 5°C dengan variabel seperti di bawah:

- Aa = Rasio Urea: asam lemak (2:1) suhu 25°C  
 Ab = Rasio Urea: asam lemak (2:1) suhu 5°C  
 Ba = Rasio Urea: asam lemak (4:1) suhu 25°C  
 Bb = Rasio Urea: asam lemak (4:1) suhu 5°C

Percobaan ini diulang sebanyak 5 kali pada masing-masing perlakuan.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Pemurnian minyak

Karakteristik mutu bahan baku perlu diketahui dengan menguji minyak sebelum dan setelah pemurnian. Minyak hati hiu botol secara fisik sebelum pemurnian memiliki karakteristik bau amis menyengat, berwarna kuning kemerahan, agak kental, dan terdapat sedikit kotoran. Setelah dilakukan pemurnian bau amis pada minyak sangat berkurang, minyak berwarna kuning cerah, viskositasnya lebih encer, dan tidak terdapat kotoran. Hal ini selaras dengan Gupta *et al.* (2012) ketika mengekstraksi minyak hati hiu genus *Etmopterus* yaitu berwarna kuning pucat kecokelatan atau kekuningan dan berbau amis khas tetapi tidak tengik. Selanjutnya dilakukan pengujian kimiawi terhadap minyak hati hiu sebelum dan setelah pemurnian seperti terlihat pada Tabel 1.

**Tabel 1.** Mutu minyak hati ikan hiu sebelum dan sesudah pemurnian.

Parameter	Crude	Pure	A	B
Asam lemak bebas (%)	0,98	0,33	-	-
Bilangan asam (mgKOH/g)	1,68	0,56	Max 0,4	≤3
Bilangan peroksida (meq/kg)	8,27	3,84	-	≤5
Bilangan iod minyak tubuh (g/100g)	-	-	Max 130	-
Bilangan iod minyak hati (g/100g)	35,33	33,39	-	-

Pada Tabel 1. secara umum terjadi penurunan besaran nilai parameter mutu yang diujikan (asam lemak bebas, bilangan asam dan bilangan peroksida) yang artinya crude minyak hati hiu mempunyai mutu yang lebih baik setelah dilakukan pemurnian. Disini terdapat 3 pembandingan yang dijadikan standar mutu pada penelitian ini yaitu Produk komersial Codex Alimentarius Commission (CAC) dan International Fish Oil Standard (IFOS).

Pada parameter asam lemak bebas, menunjukkan terjadi penurunan asam lemak bebas sebesar 60% dari crude minyak hati hiu (sebelum pemurnian) yaitu dari 0,98 % menjadi 0,33% setelah proses pemurnian. Apabila dibandingkan dengan IFOS kedua nilai ini masih memenuhi standar (<1,5%).

Selanjutnya, pada parameter bilangan asam juga terjadi penurunan yang cukup signifikan, yaitu 1,68 mg KOH/g saat sebelum minyak dimurnikan, berkurang menjadi 0,56 mg KOH/g setelah dimurnikan. Apabila dibandingkan dengan

produk komersial kedua nilai tersebut tidak memenuhi (lebih dari 0,4 mg KOH/g). Tetapi kedua nilai tersebut masih memenuhi standar CAC dan IFOS (< 2,25 mg KOH/g) (Fuadi *et al.*, 2014). Tingginya jumlah bilangan asam, dimungkinkan karena kandungan air pada minyak yang belum dimurnikan yang dapat mendorong terjadinya reaksi hidrolisis. Sedangkan penurunan bilangan asam pada minyak yang sudah dimurnikan disebabkan oleh proses *bleaching* dan pemberian adsorben yang mampu menyerap air (Budiadnyani, 2017).

Berikutnya, angka peroksida minyak hati hiu sebelum dimurnikan (8,27 meq/kg) tidak memenuhi standar CAC dan IFOS karena lebih dari 5 meq/kg. Ini dimungkinkan karena minyak telah terpapar oksigen di tempat pengolahan sebelumnya. Hal ini sesuai dengan Montesqrit & Ovianti (2013) yang menyebutkan bahwa reaksi kimia antara minyak dan oksigen akan membentuk persenyawaan peroksida. Tetapi setelah pemurnian, bilangan peroksida turun menjadi 3,84 meq/kg, sehingga minyak hati ikan hiu memenuhi standar CAC dan IFOS. Garcia *et al.* (2014) menyatakan bahwa batas bilangan peroksida minyak hati ikan hiu adalah 2,69-6,84 meq/kg sampel. Penurunan angka peroksida ini dimungkinkan karena adanya proses *degumming*, netralisasi, dan *bleaching* pada saat pemurnian. Aisyah *et al.* (2010) menyebutkan bahwa proses *degumming* menyebabkan penurunan bilangan peroksida karena senyawa peroksida dengan rantai karbon pendek lebih mudah larut dalam air panas daripada larut dalam minyak yang bersifat polar. Sedangkan pada proses netralisasi, sebagian kecil senyawa peroksida yang terikat pada asam lemak bebas akan terendapkan melalui proses penyabunan.

Senyawa asam lemak tak jenuh mampu mengikat iod dan membentuk senyawa yang jenuh. Banyaknya iod yang diikat menunjukkan banyaknya ikatan rangkap. Dengan demikian semakin banyak iod yang diikat semakin tinggi derajat ketidakjenuhan (Sudarmadji, 2007). Bilangan iod standar produk komersial maksimal 130g/100g. Namun standar ini untuk bilangan iod minyak ikan secara umum, sehingga kurang cocok jika diterapkan pada minyak hati ikan hiu. Hal ini karena pada minyak hati hiu kandungan terbesarnya adalah squalene (65-80%) (Undjung, 2005). sedangkan sisanya 20-35% selain EPA dan DHA juga Vitamin A dan D sehingga wajar kalau nilai asam lemak tak jenuhnya rendah. Bilangan iod minyak hati hiu hasil penelitian sebelum maupun sesudah pemurnian adalah 35,33 g/100g dan 33,39 g/100g. hal ini seiring dengan Damongilala (2008) yang memperoleh kadar asam lemak tak jenuh minyak hati hiu sebesar 35 %.

### Konsentrat asam lemak omega-3

Bilangan iod adalah sifat kimia minyak yang mencerminkan banyaknya ikatan rangkap atau ikatan tidak jenuh dalam minyak. Asam lemak tidak jenuh dalam minyak atau lemak mampu menyerap sejumlah iod dan membentuk ikatan jenuh. Sehingga jumlah iod yang diserap oleh minyak menunjukkan banyaknya ikatan rangkap. Bilangan iod dinyatakan dalam jumlah gram iod yang diserap 100 gram minyak atau lemak (Ibrahim *et al.*, 2006). Pengujian bilangan iod ini perlu dilakukan untuk mengetahui efektivitas proses pembuatan konsentrat asam lemak omega-3. Bilangan iod minyak hati ikan hiu setelah dijadikan konsentrat dapat dilihat pada Tabel 2.

**Tabel 2.** Kadar bilangan iod dan rendemen minyak hati hiu hasil inklusi urea.

Perlakuan	Bilangan iod (g/100g)	Rendemen (%)
Aa	179,49 <sup>a</sup>	30,16 <sup>d</sup>
Ab	180,16 <sup>a</sup>	29,64 <sup>c</sup>
Ba	182,17 <sup>b</sup>	28,86 <sup>b</sup>
Bb	182,48 <sup>b</sup>	28,78 <sup>a</sup>

Dari Tabel 2. diketahui bahwa bilangan iod (yang berarti juga nilai konsentrasi omega-3) meningkat rata-rata sebesar 5 kali lipat dari bahan baku minyak hati hiu murni, mula-mula 33,39 g/100g (Tabel 1) menjadi 179,49 - 182,48 g/100g setelah diolah menjadi konsentrat asam lemak omega-3 dengan metode kristalisasi urea. Artinya proses inklusi urea ini sangat efektif dan efisien meningkatkan kadar omega-3 minyak. Bilangan iod tertinggi sampel minyak hati hiu adalah perlakuan Bb yaitu penggunaan suhu kristalisasi 5 °C dengan rasio urea : minyak ikan (4:1) yang tidak berbeda nyata dengan perlakuan Ba yaitu suhu kristalisasi 25 °C dengan rasio urea: minyak ikan yang sama (4:1). Dari Tabel 2. juga terlihat bahwa rasio urea dengan minyak sangat menentukan tingginya konsentrat yang dihasilkan. Hal ini dimungkinkan karena ada sebagian asam lemak bebas yang tidak terkomplekskan karena jumlah urea yang terbatas. Hal ini didukung [Estiasih \(2006\)](#) bahwa ada kecenderungan peningkatan pembentukan kompleks inklusi asam lemak jenuh dan monoenolat dengan urea, seiring meningkatnya konsentrasi urea. Suhu kristalisasi 5 °C menghasilkan konsentrat yang lebih tinggi dibandingkan suhu yang lebih tinggi (25 °C) walaupun secara statistik tidak berbeda nyata. [Jumari et al. \(2015\)](#) menyebutkan bahwa semakin rendah suhu kompleksasi, akan menghasilkan kadar asam lemak tak jenuh yang lebih tinggi. semakin rendah suhu yang digunakan kecenderungan pembentukan kompleks inklusi antara asam lemak jenuh atau monoenolat dengan urea juga semakin tinggi. Sebaliknya, semakin tinggi suhu, tendensi asam lemak membentuk kompleks dengan urea semakin menurun ([Wanasundara & Shahidi, 1999](#)). Lebih lanjut [Estiasih \(2006\)](#), menyatakan bahwa suhu optimum kristalisasi urea tergantung dari jenis asam lemak omega-3 yang digunakan. Pada minyak hati hiu menghasilkan

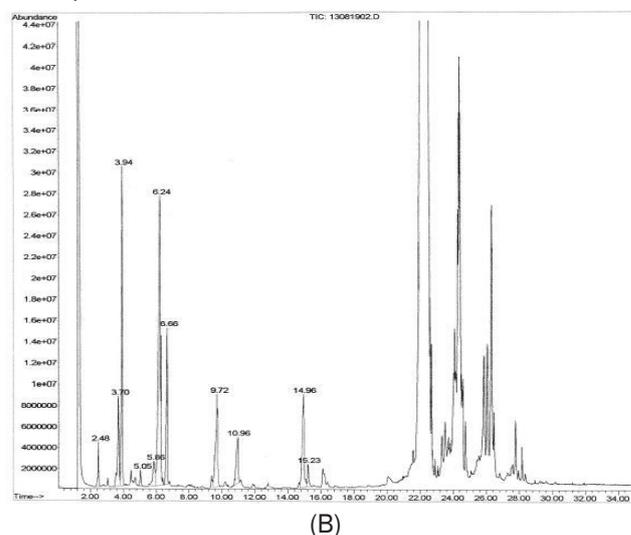
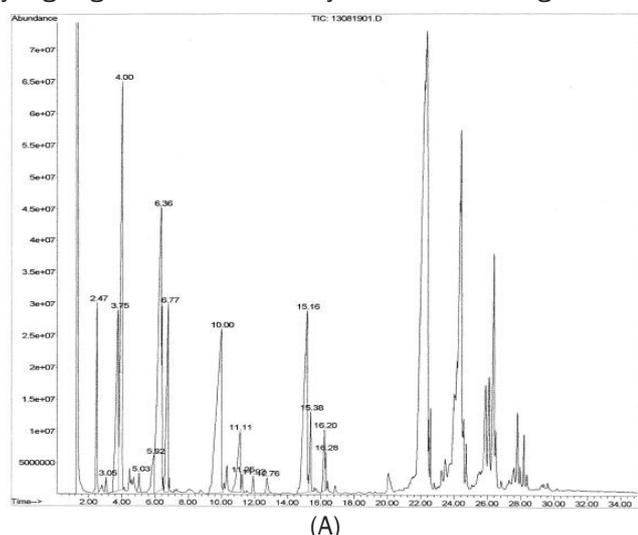
konsentrat sebesar 182,48 g/100g. Nilai ini sangat tinggi, mengingat minyak hati hiu/ *Shark Liver Oil* (SLO) adalah sisa setelah diakurangi squalenya. Menurut [Venugopal et al. \(2016\)](#) Minyak hati ikan hiu (SLO) adalah sumber alami n-3 PUFA. Sedangkan [Mustikawati \(1998\)](#) ketika menggunakan minyak limbah ikan lemuru menghasilkan konsentrat sebesar n-3 PUFA 252,80 g/100g. Hal ini disebabkan lemuru merupakan salah satu sumber asam lemak omega-3 khususnya EPA dan DHA yang sangat potensial.

Rendemen dapat diartikan sebagai persentase rasio antara hasil produk akhir terhadap bahan baku awal yang digunakan. Tujuan dari perhitungan rendemen ini adalah untuk mengetahui kelayakan minyak hati hiu untuk digunakan sebagai sumber asam lemak omega-3 khususnya EPA dan DHA. Dari Tabel 2. diketahui bahwa rendemen tertinggi pada perlakuan Aa yaitu rasio urea: asam lemak (2:1) suhu 25 °C sebesar 30,16% dan terendah pada perlakuan Bb yaitu rasio urea: asam lemak (4:1) suhu 5 °C sebesar 28,78%. Rendemen ini sebanding dengan rendemen yang dihasilkan dari konsentrat minyak padi sebesar 24,9%-27,8% ([Jumari et al., 2015](#)). Hasil perhitungan rendemen berbanding terbalik dengan bilangan iod. Hal ini disebabkan semakin baik perlakuan dalam pembuatan konsentrat asam lemak omega-3 dengan metode kristalisasi urea, maka semakin banyak asam lemak yang terkompleks dengan kristal urea, sehingga rendemen yang diperoleh semakin sedikit.

Perlakuan terbaik pada penelitian ini adalah perlakuan Bb yaitu rasio urea : asam lemak (4:1) suhu 5 °C, dengan pertimbangan mempunyai bilangan iod tinggi walaupun tidak berbeda nyata dengan Ba hanya berbeda pada suhu inklusinya. Suhu inklusi/ pengkomplekskan rendah lebih dipilih karena semakin rendah suhu yang digunakan, kecenderungan pembentukan kompleks inklusi antara asam lemak jenuh atau monoenolat dengan urea semakin tinggi ([Estiasih, 2006](#)).

#### Profil asam lemak konsentrat omega-3 minyak hati hiu

Dengan melihat profil asam lemak konsentrat omega-3 dan crude minyak hati hiu dapat digunakan untuk mengetahui komposisi senyawa kimia asam lemak yang ada di dalamnya. Adapun kromatogram kedua asam lemak dapat dilihat pada Gambar 2.

**Gambar 2.** (A) Kromatogram crude minyak hati hiu dan (B) konsentrat omega-3 minyak hati hiu.

Dari Gambar 2. terlihat kromatogram yang menunjukkan keseluruhan komposisi dari sampel yang diuji menggunakan GC-MS dengan detektor Agilent 5973 inert MSD, diketahui terdapat 17 puncak yang terdeteksi sebagai asam lemak. Sedangkan puncak lain adalah senyawa *squalene*, vitamin E, dan komponen selain asam lemak lainnya. Spektrum masa dari 17 puncak tersebut dibandingkan dengan standar Wiley versi 7.0. adapun seperti terlihat pada Tabel 3 di bawah.

Dari Tabel 3. dapat dilihat bahwa komposisi asam lemaknya meliputi asam lemak jenuh (SFA), asam lemak tidak jenuh tunggal (MUFA) dan asam lemak tidak jenuh ganda/ jamak (PUFA). Komposisi asam lemak jenuh / SFA crude minyak hati hiu yang utama didominasi oleh asam miristat (C14:0), asam palmitat (C16:0) dan asam stearat (C18:0) sebesar 97% dari fraksi jenuhnya atau 28% dari total asam lemak. Hasil yang senada juga diperoleh Yiqin et al. (2019) yaitu 94,13% dari fraksi jenuhnya dan 29,2% dari total asam lemak.

Komposisi asam lemak tak jenuh tunggal/ MUFA di\ dominasi asam palmitoleat (C16:1), asam oleat (C18:1) dan asam 11 eikosanoat (C20:1) sebesar 46,45% dari total asam lemak atau 100% dari fraksi tak jenuh tunggalnya. Berbeda dengan Yiqin et al. (2019) pada kelompok MUFA selain ketiga jenis asam lemak C16:1, C18:1 dan C20: juga ditemukan C22:1 namun konsentrasi totalnya lebih rendah yaitu 35,41% dari total asam lemak dan 94,49% dari total MUFAnya. Adanya perbedaan ini dimungkinkan karena ikan hiu yang digunakan mempunyai wilayah geografis/ habitat yang berbeda yaitu berasal dari Teluk Meksiko yang beriklim subtropis. Variasi kandungan lipid pada elasmobranchi

tergantung pada berbagai faktor seperti ukuran, jenis kelamin, perkembangan embrio, wilayah geografis dan musim (Wetherbee & Nichols, 2000).

Adapun asam lemak tak jenuh jamaknya / PUFA, kadar EPA nya lebih tinggi daripada DHAnya yaitu 12,18% dan 9,62% dengan rasio EPA/DHA = 1,27. Yiqin et al. (2019) memperoleh EPA minyak hati hiu *Mustelus mustelus* lebih tinggi yaitu 26,83% tetapi DHAnya lebih rendah yaitu sebesar 5,41% sehingga rasio EPA/DHA = 5,33 yang jauh lebih tinggi. Navarro et al. (2009) Ketika meneliti minyak hati ikan pari yang sama-sama golongan elasmobranchi mendapatkan hasil berlawanan, rerata EPA lebih rendah (4,9%) dan DHA lebih tinggi (13,9%) dengan rasio EPA/DHA = 0,35 sangat rendah. Dengan demikian rasio EPA/DHA ikan hiu lebih tinggi. termasuk asam lemak tak jenuh ( $\Sigma$ MUFA dan PUFA) dalam lipid hati lebih banyak daripada asam lemak jenuh (SFA) nya.

Dari Tabel 3. konsentrat minyak hati hiu yang dihasilkan ternyata masih mengandung asam lemak jenuh, walaupun secara umum terjadi penurunan seperti yang diharapkan dari 28,66% total asam lemak jenuh menjadi sebesar 26,94%. Tetapi terbentuk 2 jenis asam lemak jenuh baru yaitu asam pentadekanoat (C15:0) dan asam arakat (C20:0), serta terjadi peningkatan asam margarat (C17:0) yang cukup tinggi.

Pada konsentrat asam lemak tak jenuh tunggal (MUFA) muncul 1 jenis asam lemak tak jenuh tunggal baru yaitu asam erukat (C22:1) dimana awalnya crude minyak hanya mengandung 3 jenis asam lemak mufa yang disertai dengan penurunan konsentrasinya seperti yang diharapkan.

**Tabel 3.** Profil asam lemak crude minyak hiu dan konsentrat omega-3 minyak hiu.

Waktu Retensi (Menit)	Asam Lemak	Perlakuan	
		Minyak Hiu kasar (%)	Konsentrat Omega-3 Minyak Hiu (%)
<b>Asam Lemak Jenuh (SFA)</b>			
2,470	Asam Miristat (C14:0)	1,67	3,83
3,040	Asam Pentadekanoat (C15:0)	0	0,39
4,000	Asam Palmitat (C16:0)	16,94	8,94
5,030	Asam Margarat (C17:0)	0,89	15,158
6,770	Asam Stearat (C18:0)	9,16	0,57
11,920	Asam Arakat (C20:0)	0	2,15
	Total	28,66	26,94
<b>Asam Lemak Tak Jenuh Tunggal (Mufa)</b>			
3,746	Asam Palmitoleat (C16:1)	6,58	8,94
6,360	Asam Oleat (C18:1)	34,8	22,05
11,11:11,25	Asam 11 Eikosanoat (C20:1)	5,07	3,97
16,20:16,28	Asam Erukat (C22:1)	0	2,32
	Total	46,45	37,28
<b>Asam Lemak Tidak Jenuh Jamak (Pufa)</b>			
5,92	Asam Linolenat (C18:3)	3,09	2,15
10,00:12,76:15,39	Asam 5,8,11,14,17 Eikosapentaenoat (C20:5)	12,18	20,04
15,16	Asam 4,7,10,13,16,19 Dokosaheksaenoat (C22:6)	9,62	13,59
	Total	24,89	35,78

Penurunan persentase asam lemak tak jenuh tunggal pada konsentrat omega-3 minyak hati hiu diduga disebabkan karena pada saat tahap pemisahan asam lemak jenuh dan asam lemak tidak jenuh dilakukan di tempat terbuka sehingga kemungkinan terjadi oksidasi mufa membentuk asam lemak jenuh/SFA.

Sedangkan pada asam lemak tak jenuh jamak (PUFA) mengalami kenaikan omega-3 yaitu EPA sebesar 20,04% dari semula 12,18% sedangkan DHA sebesar 13,59% dari 9,62% yang sangat signifikan, sehingga terjadi kenaikan pufa dari 24,89% menjadi 35,78%. Peningkatan ini sejalan dengan penurunan konsentrasi asam lemak pada crude minyak hati hiu, hal ini seiring dengan yang diharapkan. Profil asam lemak SLO mengungkapkan adanya DHA (10 hingga 18%) dan EPA (5 hingga 16%) (Venugopal *et al.*, 2016). Walaupun peningkatan ini relatif lebih rendah jika dibandingkan hasil konsentrat omega-3 limbah pengalengan ikan lemuru (61,79%) (Estiasih, 2006). Hal tersebut disebabkan karena kandungan asam lemak omega-3 pada minyak hati hiu memang rendah karena sebagian besar kandungan minyak hati hiu adalah *squalene*. Seperti yang dilansir FAO (1999) bahwa *squalene* merupakan senyawa hidrokarbon alifatik yang terdapat pada minyak hati hiu terutama pada family Squalidae, sedangkan lemuru memang sumber omega-3 potensial. Tetapi jika dibandingkan konsentrat omega-3 limbah pengalengan tuna (27,64%) hasil penelitian Suriyani *et al.* (2014), maka konsentrat omega-3 minyak hati hiu masih jauh lebih tinggi sehingga layak untuk diusahakan.

## KESIMPULAN DAN SARAN

### Kesimpulan

Pembuatan konsentrat omega-3 dengan sampel minyak hati hiu dengan perlakuan rasio urea : minyak ikan (4:1) dengan suhu pengadukan 5°C merupakan perlakuan terbaik dengan omega-3 yaitu EPA sebesar 20,04% dan DHA sebesar 13,59% dengan asam lemak PUFA total sebesar 35,78%, sehingga layak untuk diusahakan.

### Saran

Konsentrat omega-3 minyak hati hiu sangat rawan terjadi oksidasi, karena mempunyai bilangan iod yang cukup tinggi artinya mempunyai ikatan rangkap cukup banyak. Sehingga pada penelitian selanjutnya diharapkan adanya inovasi yaitu dengan mengusahakan keberadaan oksigen ataupun cahaya serendah mungkin, selain itu dilakukan pemrosesan lebih lanjut misalnya dengan dikapsulkan atau dibuat mikroenkapsulasi agar komponen PUFA menjadi lebih stabil.

## DAFTAR PUSTAKA

Aisyah, S., Y. Yulianti. & A.G. Fasya. 2010. Penurunan angka peroksida dan asam lemak bebas (FFA) pada proses bleaching minyak goreng bekas oleh karbon aktif polong buah kelor (*Moringa oliefera*. Lamk) dengan aktivasi NaCl. *Alchemy*. 1 (2): 93-103.

Budiadnyani, I.G.A. 2017. Pengaruh Jenis dan konsentrasi adsorben terhadap karakteristik fisikokimia minyak ikan dari hasil samping industri pengalengan tuna madidihang (*Thunnus Albacares*). *Technology Science and Engineering Journal*. 1 (2): 119-127.

Chakraborty, K., P. Vijayagopal, R.D. Chakraborty & K.K. Vijayan. 2010. Preparation of eicosapentaenoic acid concentrates from sardine oil by *Bacillus circulans* lipase. *Food Chemistry*. 120: 433-442.

Damongilala L.J. 2008. Kandungan asam lemak tak jenuh minyak hati ikan cucut botol (*Centrophorus* sp.) yang diekstraksi dengan cara pemanasan. *Jurnal Ilmiah Sains*. 2 (8): 249-253.

Dovale-Rosabal, G., A. Rodríguez, E. Contreras, J. Ortiz-Viedma, M. Muñoz, M. Trigo, S.P. Aubourg & A. Espinosa. 2019. Concentration of EPA and DHA from refined salmon oil by optimizing the urea-fatty acid adduction reaction conditions using response surface methodology. *Molecules*. 24: 1642. doi:10.3390/molecules24091642

Efendi, S.C., A.D. Anggo & W. Wijayani. 2020. Pengaruh suhu ekstraksi pada metode dry rendering terhadap kualitas minyak kasar hati ikan manyung (*Arius thalassinus*). *Jurnal Ilmu dan Teknologi Perikanan*. 2 (1).

Estiasih, T. 2006. Kristalisasi urea pada pembuatan konsentrat asam lemak w-3: Kajian pustaka. *Jurnal Teknologi Pertanian*. 7 (1): 61-70.

Fuadi, I. & S.H. Suseno. 2014. Characterization of fish oil from mackerel (*Scomber japonicus*) canning by product. *Asian Journal of Agriculture and Food Science*. 2 (3).

García, C.M., M. Fernández & M. Castiñeira. 2014. Evaluation and establishment of the quality specifications of the shark liver oil pool. *Ars Pharm*. 5 (35): 23-29.

Gupta, P., K. Singhal, A.K. Jangra, V. Nautiyal & A. Pandey. 2012. Shark liver oil: A review. *Asia Journal of Pharmaceutical Education and Research*. 1 (2): 1-15.

Ibrahim, B., P. Suptijah & G. Yogaswara. 2016. Karakterisasi minyak ikan dari hasil samping industri penepungan ikan lemuru (*Sardinella lemuru*) dengan metode pemurnian alkali. *Dinamika Maritim*. 5 (1): 1-7.

Jimenez, D. 2021. Covid-19 vaccines: exploring animal-free alternatives to shark squalene. *Pharmaceutical Technology*. <https://www.pharmaceutical-technology.com/features/covid-19-vaccines-animal-free-alternatives-shark-squalene/>.

Jumari, A., A.S. Rahmani & F.R. Riana. 2015. Fraksinasi kompleksasi urea pada minyak dedak padi dalam peningkatan konsentrasi asam lemak tak jenuh. *Ekulilibrium*. 14 (1): 17-22.

Kapoor, R. & U.K. Patil. 2011. Importance and production of omega-3 fatty acids from natural sources. *International Food Research Journal*. 18: 493-499.

Lamas, D.L. & A.E. Massa. 2019. Ray liver oils obtained by different methodologies: Characterization and refining. *Journal of Aquatic Food Product Technology*. 28 (5): 555-569 DOI: 10.1080/ 10498850. 2019.160555.

Lubis, M.R. & M. Nova. 2013. Leaching of oil from tuna fish liver by using solvent of methyl-ethyl ketone. *Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan*. 9 (4): 188-196.

Ma, Y.J. & B. Yang. 2010. World Marine fish resources utilization situation and development trend. *Chin Oil*. 35: 1-3.

Maulana, I., S. Sukrasno & S. Damayanti. 2020. Recycling of "minyak ala muncar" by three crystallization methods.

- Authorea. DOI:10.22541/au.159164060.02821169.
- Mbatia, B., P. Adlercreutz, F. Mulaa & B. Mattiasson. 2010. Enzymatic enrichment of omega-3 polyunsaturated fatty acids in Nile perch (*Lates niloticus*) viscera oil. *European Journal of Lipid Science and Technology*. 112: 977-984.
- Montesqrit, M & R. Ovianti. 2013. Pengaruh suhu dan lama penyimpanan terhadap stabilitas minyak ikan dan mikrokapsul minyak ikan. *Jurnal Peternakan Indonesia*. 15 (1).
- Mustikawati, L. 1998. Mikroenkapsulasi konsentrat asam lemak omega-3 dari minyak limbah pengalangan lemuru (*Sardinella lemuru*) dengan koaservasi kompleks. *Jur. Teknologi Pangan dan Gizi*. FTP. IPB. Bogor.
- Navarro, G., R. Pacheco, B. Vallejo, J. Ramirez & A. Bolaños. 2000. Lipid composition of the liver oil of shark species from the Caribbean and Gulf of California waters. *Journal of Food Composition and Analysis*. 13: 791-798.
- Patil, D & A. Nag. 2011. Production of PUFA concentrates from poultry and fish processing waste. *Journal of the American Oil Chemists' Society*. 88: 589-593.
- Patil, D. 2014. Recent trends in production of polyunsaturated fatty acids (PUFA) Concentrates. *Journal of Food Research and Technology*. 2: 15-23.
- Peixoto, J.V.C., L.M.R. de-Paula, F. Iagher, I.K. Silva, F.A.L. Dias & R.T.H. Fogaça. 2020. Shark liver oil consumption decreases contractility in EDL muscle of trained rats. *Fisioter. Mov., Curitiba*, v. 33, e003311, 2020. ISSN 0103-5150. DOI: <http://dx.doi.org/10.1590/1980-5918.033.A011>
- Poudyal, H., S.K. Panchal, V. Diwan & L. Brown. 2011. Omega-3 fatty acids and metabolic syndrome : effects and emerging mechanisms of action. *Progress in Lipid Research*. 50: 372-387.
- Sellami, M., F. Rebah, Y. Gargouri & N. Miled. 2018. Lipid composition and antioxidant activity of liver oils from ray species living in Tunisian coasts. *Arabian J. Chem*. 11: 233-239. doi:10.1016/j.arabjc.2014.07.010.
- Sudarmadji, S., B. Kartika & S. Suhardi. 2007. Analisis Bahan Makanan dan Pertanian. Liberty. Yogyakarta .
- Suriani, N.W., H.J. Lawalata & A. Komansilan. 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*.
- Suriani, N.W & A. Komansilan. 2019. Enrichment of omega-3 fatty acids, waste oil byproducts canning tuna (*Thunnus* sp.) with urea crystallization. *Journal of Physics: Conference Series*. (1317) 012056 IOP Publishing doi:10.1088/1742-6596/1317/1/012056.
- Thammapat, P., S. Siriamornpun & P. Raviyan. 2016. Concentration of eicosapentaenoic acid (EPA) and docosahexaenoic acid (DHA) of Asian catfish oil by urea complexation: optimization of reaction conditions. *Songklanakarin J. Sci. Technol*. 38 (2): 163-170.
- Ulilalbab, A & T. Estiasih. 2012. Optimasi sintesis fosfolipid terstruktur tinggi epa oleh lipase *Rhizomucor miehei* antara konsentrat asam lemak omega-3 dari minyak hasil samping penepungan lemuru dan fosfolipid kedelai varietas anjasmoro.
- Undjung D. 2005. Continuous production of pure squalene by using column chromatography. *Indo. J. Chem*. 5 (3): 251-254.
- Venugopal, V., A.K. Kumaran, N.S. Chatterjee, S. Kumar, S. Kavilakath & J.R. Nair. 2016. Biochemical characterization of liver oil of *Echinorhinus brucus* (bramble shark) and its cytotoxic evaluation on neuroblastoma cell lines (SHSY-5Y). *Scientifica*. 6294030.
- Wanasundara, U.N & f. Shahidi. 1999. Concentration of omega-3 polyunsaturated fatty acids of seal bubbler oil by urea complexation: Optimization of reactions conditions. *Food Chemistry*. 65: 41-49.
- Wetherbee, B.M & P.D. Nichols. 2000. Lipid composition of the liver oil of deep-sea sharks from the Chatam Rise, New Zealand. *Comparative Biochemistry and Physiology Part B: Biochemistry and Molecular Biology*. 125 (4): 511-521.
- Yiğın, C.Ç., F. Çakır, K. Cabbar, B. Kızılkaya, H.B. Ormanlı, A. Öztekin & Y. Özüdoğru. 2019. The liver lipid fatty acid composition of two cartilaginous fish, the thornback ray (*Raja clavata*) and the common smooth-hound (*Mustelus mustelus*). *Aquatic Research*. 2 (3): 143-153. <https://doi.org/10.3153/AR19012>.
- Zhang, C., M. Chen, Z. Mao & G. Zu. 2012. Concentration of DHA and EPA from marine fish oil by urea complexation. *Advanced Materials Research*. 581: 54-57.