

ISSN : 977-240-744-970-9

PROCEEDING

Seminar, Call for Paper & Lomba Poster Hasil Riset Jawa Barat

Tema :
PENGUATAN BUDAYA RISET UNTUK S
JAWA BARAT :
Pembangunan IPTEK dan Sosial Ek
di Jawa Barat

Kerjasama



BAPPEDA PROVINSI JAWA BARAT



FAKULTAS EKONOMI DAN BISNIS
UNISBA



PROSIDING

SEMINAR, CALL FOR PAPER DAN LOMBA POSTER

**“PENGUATAN BUDAYA RISET UNTUK SOLUSI TEPAT
PEMBANGUNAN JAWA BARAT : PEMBANGUNAN IPTEK DAN
SOSIAL EKONOMI BERKELANJUTAN DI JAWA BARAT”**

Bappeda Provinsi Jawa Barat dan P2EU Fakultas Ekonomi dan Bisnis UNISBA

Gedung K.H.Z. Muttaqien Lt. 2

Jl. Tamansari No1 Bandung 40116

Telp. 022..4264064, 4203368 (ext. 146)

Email : febunisba13@gmail.com

Reviewer : Dr. Dikdik Tandika, SE. M.Sc

: Dr. Atih Rohaeti D, SE. M.Si

: Dr. Asnita Frida S, SE. M.Si

: Dr. Nusar Ha

Design Cover : Yuhka Sundaya, SE. M.Si

Editor : Aan Julia, SE. M.Si

: Denty Rominika, S. Pd

OPTIMASI METODE KOMPLEKSASI UREA PADA PENINGKATAN NILAI RASIO EPA DAN DHA TERHADAP ASAM LEMAK TRANS DALAM MINYAK IKAN LIMBAH

¹Indra T. Maulana, ²Endah Rismawati, ³Yuri Marcelina
^{1,2,3}Prodi Farmasi, Universitas Islam Bandung, Jl. Ranggagading No. 8
Bandung
e-mail: ¹indra.topik@gmail.com, ²Endah.res@gmail.com
³yurisummer29@gmail.com

ABSTRAK

Telah dilakukan analisis mengenai optimasi metode kompleksasi urea pada peningkatan nilai rasio EPA dan DHA terhadap asam lemak trans dalam minyak ikan limbah dengan perbandingan asam lemak:urea 1:1, 1:3, dan 1:5. Analisis KGMS memperlihatkan bahwa minyak ikan limbah mengandung EPA dan DHA yang cukup besar, namun disamping itu juga mengandung asam lemak trans yang juga besar. Perbandingan asam lemak:urea yang paling baik adalah yang mampu menghasilkan rendemen tinggi serta nilai rasio EPA dan DHA : asam lemak trans paling tinggi. Adapun pengujian dilakukan pada suhu ruangan (25 - 30 °C °C). Hasil analisis memperlihatkan bahwa perbandingan asam lemak:urea 1:1 menghasilkan rendemen 14,93 % serta nilai rasio EPA dan DHA : asam lemak trans sebesar 1,051; perbandingan 1:3 menghasilkan rendemen 14,94% serta nilai rasio sebesar 11,287 ; dan perbandingan 1:5 menghasilkan rendemen 29,83 % serta nilai rasio sebesar 15,91.

Kata kunci : minyak ikan, omega-3, EPA dan DHA, kompleksasi urea

1. Pendahuluan

Indonesia merupakan negara kepulauan terbanyak didunia yang memiliki sumber daya alam bahari yang melimpah. Tahun 2008 Indonesia tercatat sebagai negara penghasil ikan laut tangkapan terbesar ketiga dunia setelah Cina dan Peru (FAO, 2010). Di Indonesia ikan laut selain diekspor dalam bentuk beku, sebagian juga diolah menjadi ikan kemasan kaleng seperti yang terjadi di wilayah Muncar

Banyuwangi. Proses pengalengan ikan ini menghasilkan produk limbah berupa minyak ikan yang dibuang bersamaan dengan air bekas pengukusan ikan. Minyak tersebut selanjutnya dimanfaatkan oleh industri rumah tangga sekitar untuk dijual kembali kepada para peternak.

Berdasarkan penelitian, ternyata minyak ikan limbah diketahui kaya akan asam lemak omega-3 meliputi asam stearidonat, EPA, DHA, asam eikosatetranoat, dan asam ikosapentanoat. Namun disamping itu, minyak tersebut juga mengandung asam elaidat yang cukup tinggi (Maulana, 2013). Asam elaidat merupakan asam lemak trans ikatan rangkap tunggal yang disinyalir merupakan produk samping proses pemanasan di industri saat pengolahan. Omega-3 merupakan asam lemak yang sangat esensial bagi tubuh dan dibutuhkan terutama bagi penderita kolesterol tinggi serta aterosklerosis. Konsumsi EPA dan DHA dalam jangka waktu panjang terbukti memberikan dampak positif bagi penderita penyakit jantung koroner, yaitu mampu menurunkan resiko kematian mendadak hingga 45 % jika dibandingkan terhadap penderita yang tidak mengkonsumsi EPA dan DHA (Haris, 2004).

Keberadaan asam lemak trans didalam minyak ikan limbah dapat menurunkan kualitas dari minyak ikan. Asam lemak trans diketahui dapat meningkatkan resiko penyakit jantung koroner melalui stimulasi faktor penyebabnya seperti peningkatan rasio kolesterol total terhadap HDL, peningkatan jumlah LDL, memperkecil ukuran partikel LDL dan meningkatkan kolesterol total dalam darah (Mozaffarian dkk, 2006; Stender dan Dyerberg, 2003). Disamping itu, asam lemak trans juga terbukti berkaitan erat dengan kanker payudara dan diabetes melitus tipe 2 (Stender dan Dyerberg, 2003; SACN, 2007).

Pemurnian minyak ikan limbah ini dari asam lemak trans sebelumnya telah dilakukan dengan metode kompleksasi urea, dimana metode tersebut efektif memurnikan minyak ikan limbah dari asam lemak trans dan asam lemak jenuh (Maulana, 2013). Namun kandungan asam lemak trans tidak dapat dihilangkan sempurna dan rendemen fraksi yang diperoleh rendah. Untuk dapat menghilangkan asam lemak trans secara total perlu dilakukan optimasi perbandingan urea dan asam lemak pada metode kompleksasi urea yang

*Optimasi Metode Kompleksasi Urea pada Peningkatan Nilai Rasio EPA 186 dan DHA terhadap Asam Lemak Trans dalam Minyak Ikan Limbah –
Indra T Maulana, Endah R, Yuri M*

digunakan, sehingga diperoleh fraksi minyak dengan jumlah rendemen besar yang kaya akan EPA dan DHA namun murni akan asam lemak trans dan asam lemak jenuh.

Oleh karena itu, pada penelitian ini akan dilakukan optimasi kompleksasi urea pada peningkatan nilai rasio EPA dan DHA terhadap Asam lemak trans dalam minyak ikan limbah. Adapun tujuan dari penelitian ini adalah diperolehnya fraksi minyak ikan dengan rendemen tinggi serta kaya akan EPA dan DHA dan murni dari asam lemak trans. Adapun parameter keberhasilan penelitian dilihat dari nilai rasio EPA dan DHA terhadap asam lemak trans. Semakin besar nilai rasio menunjukkan semakin baik mutu fraksi minyak yang dihasilkan.

2. Metode Penelitian

Alat. Labu refluks tiga mulut (pyrex), mikropipet (Thermo®), buret, penangas dengan pengatur temperatur, parafin *bath*, penguap vakum putar, corong Buchner dan vakum, sentrifuga, lemari pendingin, KGMS Shimadzu QP 2010 ULTRA dengan detektor FID, Kolom DB-5.625.

Bahan. Minyak limbah yang diperoleh dari Muncar, n heksana, metanol pa, asetil klorida pa, etanol pa, aquadest, natrium hidroksida, kalium hidroksida, NaEDTA, uap I₂, Na₂S₂O₃, alumunium foil, plat pralapis silika gel F₂₅₄ (MERCK®), gas Nitrogen, fenolftalein.

Metode. Penelitian dilakukan di unit laboratorium terpadu farmasi UNISBA sejak bulan Februari sampai Juli 2014. Minyak ikan yang digunakan merupakan minyak limbah yang berasal dari industri pengolahan ikan di Muncar. Minyak yang telah diketahui angka asamnya terlebih dahulu dinetralisasi dengan menggunakan larutan NaOH, sehingga terbentuk sabun. Minyak dan sabun selanjutnya dipisahkan dengan cara sentrifuga. Minyak hasil sentrifuga dipisahkan sehingga diperoleh minyak jernih yang tidak mengandung asam lemak bebas. Minyak hasil netralisasi selanjutnya dihidrolisis menjadi asam lemak bebas dengan penambahan KOH dalam Metanol dan Air. Senyawa tidak tersabunkan kemudian dihilangkan dengan penambahan n heksana. Campuran selanjutnya diasamkan kemudian ditambahkan n heksana kembali hingga terbentuk dua lapisan. Lapisan n heksana dipisahkan untuk kemudian diuapkan dengan *rotary*

evaporator, pada suhu 70 °C dengan kecepatan putar 55 rpm hingga diperoleh padatan asam lemak berwarna kuning pucat.

Asam lemak padatan selanjutnya difraksinasi dengan metode kompleksasi urea dengan menggunakan tiga perbandingan asam lemak:urea, yaitu 1:1, 1:3, dan 1:5. Ketiga proses kompleksasi urea tersebut dilakukan pada suhu ruangan (25 °C). Padatan yang terbentuk selanjutnya dipisahkan dari fraksi cair. fraksi yang diperoleh selanjutnya didinginkan pada suhu 4 °C untuk menghilangkan urea yang masih terbawa. fraksi Selanjutnya diasamkan kemudian ditambahkan n heksana. Larutan n heksana dipisahkan untuk selanjutnya dievaporasi sehingga dihasilkan fraksi cairan asam lemak berwarna kuning jingga.

Setiap fraksi asam lemak kemudian diesterifikasi sehingga menghasilkan FAME untuk selanjutnya diukur dengan KGMS. Proses esterifikasi dilakukan dengan menggunakan metanol absolut dan katalis asetilklorida untuk kemudian dipanaskan diatas penangas parafin pada suhu 70 °C sambil diaduk secara konstan dibawah atmosfer gas Nitrogen. Proses esterifikasi menghasilkan dua fasa yang tidak bercampur. Fasa yang berisi FAME diambil dengan n heksana untuk selanjutnya dievaporasi sehingga diperoleh FAME yang siap untuk dianalisis KGSM.

FAME selanjutnya dianalisis dengan Shimadzu QP 2010 ULTRA dengan detektor FID. Kolom yang digunakan adalah DB-5.625 (difenil dimetilpolisiloksan sebagai padatan penyangga, panjang 30 m, diameter 0,25 mm). Suhu injektor diatur 240 °C, suhu detektor 280 °C, dengan gas N₂ sebagai pembawa. Suhu kolom awal diatur 60 °C kemudian dinaikkan dengan laju konstan 8 °C/ menit hingga dicapai suhu 290 °C yang kemudian ditahan selama 2 menit. Jadi total lamanya waktu analisis dengan KGSM adalah 31 menit.

3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Rendemen

Rendemen merupakan perbandingan antara jumlah produk yang dihasilkan terhadap jumlah bahan awal yang digunakan. Rendemen sangat penting diketahui untuk memperlihatkan seberapa besar produk yang diperoleh dan seberapa efektif

metode yang digunakan pada suatu penelitian. Adapun data hasil rendemen dari setiap proses penelitian ditampilkan pada tabel **Tabel 1**.

Tabel 1 Rendemen yang diperoleh pada setiap proses penelitian

Asam Lemak:urea	Rendemen
1:1	14,93%
1:3	14,94%
1:5	29,83%

Data rendemen pada **Tabel 1** memperlihatkan bahwa perbandingan asam lemak:urea 1:5 memberikan rendemen paling tinggi yaitu 29,83 %. Sedangkan perbandingan 1:1, menghasilkan rendemen paling rendah yaitu 14,93 %. Hal ini memperlihatkan bahwa semakin tinggi komposisi urea pada proses kompleksasi urea maka rendemen fraksi minyak yang dihasilkan akan semakin besar.

3.2 Kandungan Asam Lemak didalam Minyak Awal dan Setelah Pemurnian

Analisis kandungan asam lemak didalam minyak sebelum dan setelah pemurnian tersaji pada **Tabel 2**. Data analisis (**Tabel 2**) memperlihatkan bahwa minyak ikan limbah yang digunakan sangat kaya akan Omega-3 khususnya EPA dan DHA. Namun disamping itu, minyak juga mengandung asam lemak trans yang cukup tinggi yaitu asam elaidat. Oleh karena itu, perlu dilakukan proses fraksinasi dalam rangka menghasilkan fraksi minyak yang kaya akan asam lemak Omega-3 khususnya EPA dan DHA namun rendah asam lemak asam lemak trans.

Tabel 2 Kandungan Asam Lemak Pada Minyak Sebelum Pemurnian

NO	Nama	Awal		Hasil Netralisasi	
		Area	% Area	Area	% Area
1	Asam tetradekanoat	94874	8,803%	1557158	9,406%
2	Asam pentadekanoat		0,000%	85237	0,515%
3	ALA	9663	0,897%	113945	0,688%
4	Asam 9-Heksadekanoat	160913	14,930%	1646597	9,946%
5	Asam Heksadekanoat	73914	6,858%	2601670	15,715%
6	Asam Heptadekanoat		0,000%	73872	0,446%
7	Asam 6,9,12,15-Oktadekatetraenoat	15768	1,463%		0,000%
8	Asam 9,12-Oktadekadienoat	25651	2,380%	682400	4,122%
9	Asam Elaidat	104859	9,729%	1102752	6,661%
10	Asam Elaidat	51245	4,755%	700381	4,231%

11	Asam Oktadekanoat	75440	6,999%	595304	3,596%
12	AA	47586	4,415%	278127	1,680%
13	EPA	229388	21,283%	1456593	8,798%
14	cis-13-Eicosenoic acid, methyl ester		0,000%	55504	0,335%
15	DPA		0,000%	142689	0,862%
16	DHA	178557	16,567%	1189265	7,184%
17	EPA		0,000%	208935	1,262%
18	Asam 13-dokosenoat		0,000%	190591	1,151%
19	unidentified	9946	0,923%	3874401	23,403%
		1077804	100%	16555421	100%

3.3 Hidrolisis Minyak Menjadi Asam Lemak

Proses hidrolisis minyak menjadi asam lemak sangat penting dilakukan, dikarenakan minyak dalam bentuk triasilgliserol cukup sulit untuk dianalisis dengan KGMS. Seperti diketahui satu molekul triasilgliserol mengikat tiga asam lemak yang sifatnya acak, baik asam lemak jenuh (SFA), asam lemak ikatan rangkap tunggal (MUFA), maupun asam lemak ikatan rangkap jamak (PUFA). Hal ini menjadikan asam lemak sulit teridentifikasi.

NaOH merupakan bahan utama yang sering digunakan pada proses hidrolisis minyak dalam bentuk triasilgliserol menjadi asam lemak tunggal. NaOH terlebih dahulu akan memutus ikatan ester antara gliserol dengan asam lemak membentuk sabun, kemudian ikatan sabun diputus dengan menggunakan asam HCl. Metode tersebut pernah dilakukan oleh Guerrero, dkk (2001).

3.4 Esterifikasi Asam Lemak Menjadi FAME

Asam lemak diketahui memiliki titik uap cukup tinggi, sehingga tidak dapat dianalisis dengan menggunakan KGMS. Hal ini disebabkan karena adanya gugus -OH yang merupakan suatu ikatan hidrogen. Untuk memudahkan analisis maka asam lemak diubah menjadi bentuk FAME, dimana gugus -OH (Hidroksi) diganti menjadi gugus -Ome (Metoksi). Berubahnya gugus Hidroksi menjadi Metoksi maka ikatan hidrogen pun hilang, sehingga FAME memiliki titik uap yang lebih rendah

3.5 Kandungan EPA, DHA dan Asam Lemak Trans

Semakin tinggi kandungan EPA dan DHA didalam fraksi menunjukkan semakin baik kualitas dari fraksi tersebut. Data analisis mengenai kandungan

asam lemak EPA, DHA, asam lemak trans, asam lemak jenuh, dan omega-3 diperlihatkan pada tabel 3.

Tabel 3 Kandungan Asam Lemak pada Berbagai Fraksi

Asam lemak:urea	EPA dan DHA	TRANS	SFA	OMEGA-3
1:1	17,01%	16,19%	24,85%	21,44%
1:3	55,18%	4,89%	9,31%	58,32%
1:5	57,89%	3,64%	9,69%	62,32%

Pada tabel 3 terlihat bahwa fraksi yang dihasilkan oleh perbandingan asam lemak : Urea (1:1) mengandung EPA dan DHA paling rendah yaitu 17,02 % namun mengandung Asam lemak Trans paling tinggi yaitu 16,19 %. Sedangkan perbandingan 1:5, menghasilkan fraksi dengan kandungan EPA dan DHA 57,89 % sedangkan asam lemak trans sebesar 3,64 %. Ini memperlihatkan bahwa semakin besar komposisi urea dalam campuran maka asam lemak trans akan semakin banyak terkompleksasi sehingga akan dihasilkan fraksi yang rendah akan kandungan asam lemak trans.

3.6 Rasio EPA dan DHA terhadap Asam Lemak Trans

Angka rasio EPA dan DHA menunjukkan tingkat kualitas dari suatu fraksi minyak. Semakin tinggi angka rasio maka kualitas minyak akan semakin baik. EPA dan DHA memiliki fungsi yang berkebalikan jika dibandingkan dengan asam lemak trans. EPA dan DHA diketahui memiliki efek menurunkan penyakit aterosklerosis, sedangkan asam lemak trans justru dapat menyebabkan terjadinya penyakit aterosklerosis. Manfaat konsumsi EPA dan DHA bagi penderita aterosklerosis terbukti dapat menurunkan resiko kematian mendadak akibat serangan jantung (Haris, 2004). Sedangkan konsumsi asam lemak trans, justru selain memicu munculnya aterosklerosis juga dapat menyebabkan timbulnya kanker. Data analisis rasio EPA dan DHA terhadap asam lemak trans pada setiap fraksi dapat dilihat pada tabel 4.

Data analisis pada tabel 4 memperlihatkan bahwa perbandingan asam lemak:urea 1:5 memberikan nilai rasio EPA dan DHA : asam lemak trans tertinggi yaitu 15,91, sedangkan perbandingan 1:1 menghasilkan nilai rasio terendah yaitu 1,051. Hal ini dikarenakan pada perbandingan 1:5 kandungan asam lemak EPA dan DHA meningkat, sedangkan asam lemak trans lebih banyak membentuk kompleks dengan urea.

Tabel 4 Nilai Rasio Antara Omega-3 ; EPA dan DHA Terhadap Asam Lemak Trans dan Asam Lemak Jenuh Pada Fraksi

Asam lemak:urea	N-3/SFA	N-3/Trans	EPA dan DHA / SFA	EPA & DHA / Trans
1:1	1,626	2,496	0,685	1,051
1:3	6,261	11,929	5,924	11,287
1:5	6,431	17,128	5,974	15,91

4. Kesimpulan

Analisis KGMS memperlihatkan bahwa minyak ikan limbah mengandung asam lemak EPA dan DHA tinggi namun juga mengandung asam lemak trans yang tinggi. Perbandingan asam lemak:urea 1:1 menghasilkan rendemen 14,93 % serta nilai rasio EPA dan DHA : asam lemak trans sebesar 1,051; perbandingan 1:3 menghasilkan rendemen 14,94% serta nilai rasio sebesar 11,287 ; dan perbandingan 1:5 menghasilkan rendemen 29,83 % serta nilai rasio sebesar 15,91.

DAFTAR PUSTAKA

- FAO Fisheri and Aquaculture Departement (2010) The State of World Fisheries And Aquaculture 2010, Food and Agriculture Organization of the United Nations, Rome: 5-13
- Guerrero, J.L. dan Belarbi, H. (2001) Purification Process for Cod Liver Oil Polyunsaturated Fatty Acids, *JAACS*, 78(5):477 – 483.
- Haris, W.S. (2004) Review : Fish oil supplementation: Evidence for health benefits, *Cleveland Clinic Journal of Medicine*, 71(3):208-219
- Maulana, I. T., Sukrasno, Damayanti, S. (2014) Telaah Kandungan Asam Lemak Dalam Minyak Ikan Indonesia, *JITKT* 6(1):105-114
- Mozaffarian, D., Katan, M., B., Ascherio, A., Stampfer, Meir J., dan Willett, W.C. (2006) ReIVew Article: Trans Fatty Acid and Cardiovascular Disease, *N Engl J Med*, 354: 1601 – 1611

Optimasi Metode Kompleksasi Urea pada Peningkatan Nilai Rasio EPA 192 dan DHA terhadap Asal Lemak Trans dalam Minyak Ikan Limbah – Indra T Maulana, Endah R, Yuri M

Scientific AdIVsory Commitee on Nutrition (SACN) (2007): *Update on Trans Fatty Acids and Health*, The Stasionary Office, Edinburg UK. Hal 1 – 65
Stender, S., dan Dyerberg, J. (2003) *The Influence of Trans Fatty Acid on Health*, 4th ed, Publ. No. 34, The Danish Nutrition Council. Hal 19 – 32.

Ucapan Terimakasih

Penulis mengucapkan terimakasih kepada LPPM Universitas Islam Bandung atas segala bantuan materil yang telah diberikan, sehingga penelitian ini dapat terlaksana hingga selesai.

