

Optimasi Ekstraksi Padat Cair Dalam Penentuan Asam Lemak Omega-3 Minyak Ikan Bawal (*Colossoma macropomum*) dengan Kromatografi Gas (KG)

Khotimatun Nafisah¹, Imelda Fajriati^{1*}

¹ Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga Yogyakarta Jl. Marsda Adisucipto Yogyakarta 55281

*Corresponding author

*E-mail: imelda.fajriati@uin-suka.ac.id

ABSTRAK

Telah dilakukan optimasi ekstraksi padat cair dalam penentuan asam lemak omega-3 lemak ikan bawal (*Colossoma macropomum*) dengan Kromatografi Gas (KG). Hasil asam lemak omega-3 dalam lemak ikan bawal selanjutnya dikarakterisasi gugus fungsionalnya menggunakan *Fourier Transform Infra Red (FTIR) Spectroscopy*. Optimasi ekstraksi padat cair dilakukan dengan menggunakan pelarut n-heksana 200 ml, 250 ml, 300 ml dengan waktu ekstraksi selama 3 jam dan 5 jam. Hasil optimasi didapatkan bahwa rendemen tertinggi dalam kepala ikan dicapai menggunakan volume n-heksana 250 ml dengan waktu ekstraksi selama 5 jam. Adapun rendemen tertinggi dalam perut ikan dicapai menggunakan volume n-heksana 300 ml dengan waktu ekstraksi selama 5 jam. Hasil karakterisasi FTIR didapatkan gugus fungsional khas dalam asam lemak ditunjukkan pada serapan bilangan gelombang 1658 cm^{-1} dari gugus fungsi C=C dan bilangan gelombang 3400 cm^{-1} dari gugus fungsi OH. Hasil penentuan asam lemak omega-3 menggunakan KG didapatkan adanya asam lemak DHA (asam dokosaheksa-enoat) sebesar 3,07% - 3,18% dan ALA (asam linolenat) sebesar 0,3% - 0,4%.

Kata kunci: Optimasi ekstraksi, Ikan bawal (*Colossoma macropomum*), Asam lemak omega-3 DHA dan ALA.

ABSTRACT

Optimization of liquid solid extraction in the determination of omega-3 fatty acids of pomfret fish (*Colossoma macropomum*) by Gas Chromatography (KG). Optimization of liquid solid extraction in the determination of omega-3 fatty acids of pomfret fish (*Colossoma macropomum*) by Gas Chromatography (KG) has been studied. The results of omega-3 fatty acids in pomfret fish fat were characterized by functional groups using Fourier Transform Infra Red (FTIR) Spectroscopy. Optimization of liquid solid extraction was carried out using 200 ml, 250 ml, 300 ml n-hexane solvent with an extraction time of 3 hours and 5 hours. The optimization results showed that the highest yield in fish heads was achieved using 250 ml of n-hexane volume with an extraction time of 5 hours. The highest yield in fish stomach was achieved using 300 ml n-hexane volume with an extraction time of 5 hours. The FTIR characterization results showed that the typical functional groups in fatty acids were shown in the absorption wave number 1658 cm^{-1} from the C = C functional group and the wave number 3400 cm^{-1} from the OH functional group. The results of determining omega-3 fatty acids using KG showed the presence of fatty acids DHA (docosahexa-enoic acid) of 3.07% - 3.18% and ALA (linolenic acid) of 0.3% - 0.4%.

Keywords: Optimization extraction, pomfret fish (*Colossoma macropomum*), omega-3 fatty acids, DHA, ALA

1. PENDAHULUAN

Asam lemak esensial merupakan salah satu nutrisi yang dibutuhkan oleh tubuh. Asam lemak tidak dapat diproduksi oleh tubuh. Diantara asam lemak esensial adalah omega-3. Asam lemak omega-3 dalam jumlah banyak, terdapat dalam ikan laut dalam seperti ikan tuna, salmon, makrarel dan hering (Handayani dkk, 2013). Namun demikian, ikan-ikan laut tawar seperti nila, bawal dan gurame juga mengandung asam lemak omega-3 dalam jumlah yang belum banyak diketahui.

Pada penentuan asam lemak omega-3 dalam ikan, dilakukan terlebih dahulu pemisahan asam lemaknya menggunakan ekstraksi padat cair. Penelitian ini mempelajari optimasi ekstraksi padat cair dalam penentuan asam lemak omega-3. Asam lemak yang ditentukan adalah yang berasal dari ikan bawal yang banyak dikonsumsi masyarakat.

Optimasi ekstraksi padat cair dilakukan dengan mempelajari volume pelarut dan waktu reaksi optimum dalam ikan bawal pada bagian kepala dan perut. Pelarut n-heksana digunakan volume sebesar 200 ml, 250 ml dan 300 ml dengan waktu ekstraksi selama 3 jam dan 5 jam. Berdasarkan hasil optimum dari variasi volume pelarut dan waktu ekstraksi di atas selanjutnya adalah mengkarakterisasi gugus fungsional dalam ekstrak asam lemak dengan FTIR Spectroscopy dan menentukan jumlah asam lemak omega-3 menggunakan kromatografi gas (KG). Hasil kromatogram ditentukan berdasarkan software library dan senyawa standar asam lemak DHA dan ALA.

2. METODE PENELITIAN

2.1 Alat dan Bahan

Alat. Neraca digital analitik (Sartorius), Alat-alat gelas, Alat ekstraksi soxhlet, Alat destilasi, kertas saring whatman #41, kertas saring standar, gunting, cutter, termometer, oven, FTIR Spectrofotometer (Asahi) dan Instrumen Kromatografi Gas

Bahan. Ikan bawal, aquades, n-heksana teknis, senyawa standar DHA dan ALA.

2.2 Preparasi Sampel

Ikan bawal dibersihkan hingga tidak tersisa lendir dan kotoran penyerta untuk preparasi ekstraksi padat cair. Bagian kepala dan perut ikan dipisahkan

karena dimana masing-masing bagian tersebut diambil asam lemaknya sebagai pembanding. Sampel selanjutnya dikeringkan dalam oven suhu 60°C selama 40 menit. Dari bagian kepala dan perut dipotong menjadi beberapa bagian yang lebih kecil, selanjutnya ditimbang. Sampel dengan berat tertentu kemudian dibungkus dengan kertas saring kemudian masukkan dalam labu dan masukkan pelarut n-heksana volume sebanyak 200 ml, 250 ml dan 300 ml. Tiap volume pelarut dilakukan ekstraksi selama 3 jam dan 5 jam dengan suhu 67°C. Hasil rendemen ekstraksi berupa minyak yang masih terdapat campuran pelarut n-heksana selanjutnya dipisahkan dengan destilasi.

2.3 Karakterisasi Gugus Fungsional dengan FTIR Spectroscopy

Karakterisasi menggunakan FTIR Spectroscopy dilakukan pada lemak yang berasal dari perut ikan dan kepala ikan. Profil spektra FTIR selanjutnya dipelajari serapan pada bilangan gelombang yang khas dari masing-masing sampel.

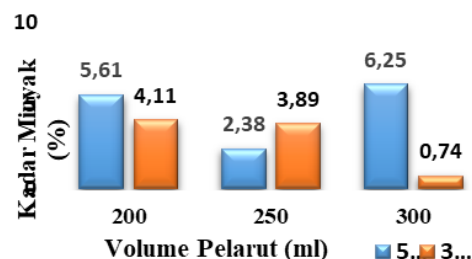
2.4 Penentuan dengan Kromatografi Gas

Penentuan asam lemak dilakukan pada sampel lemak yang didapatkan dari perut ikan dan kepala ikan. Kromatogram yang didapatkan selanjutnya diinterpretasi kesamaan waktu retensi dengan kromatogram senyawa standar (DHA dan ALA)

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Optimasi Ekstraksi Pada Perut Ikan

Optimasi ekstraksi pada perut ikan ditampilkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Rendemen ekstraksi badan ikan

Berdasarkan Gambar 1 diketahui bahwa penggunaan pelarut n-heksana volume 300 ml

menghasilkan rendemen minyak paling tinggi untuk ekstrak fraksi n-heksana pada perut ikan, dengan waktu ekstraksi selama 5 jam. Hasil ini menunjukkan bahwa penggunaan volume yang lebih banyak memberikan kemungkinan peluang kontak bagi lemak untuk terdistribusi dalam pelarut n-heksana.

n-Heksana adalah pelarut non polar, dimana memiliki kepolaran yang relative sama dengan kepolaran lemak. Kepolaran yang sama ini menyebabkan kelarutan lemak dalam n-heksana cukup tinggi sehingga mengoptimalkan proses distribusi dalam ekstraksi. Namun demikian, proses preparasi sampel yang tidak maksimal juga berpengaruh dalam rendemen ekstraksinya. Pada proses pengeringan yang tidak sempurna dimana masih terdapat air dalam sampel ikan, maka kemampuan n-heksana dalam melarutkan lemak menjadi berkurang.

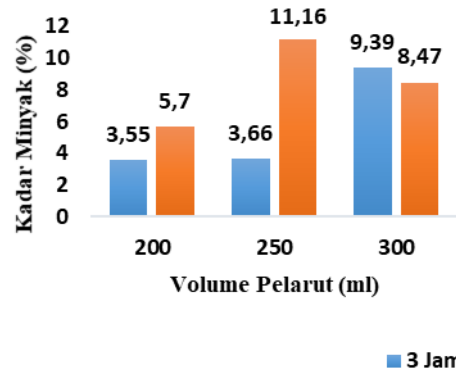
Hasil ini sesuai yang dilaporkan oleh Magdalena *dkk.* (2015) yang menyebutkan bahwa peningkatan volume pelarut dapat menaikkan jumlah rendemen ekstraksi. Dengan volume pelarut n-heksana yang lebih banyak maka lemak yang terekstrak juga semakin meningkat.

Gambar 1 juga menunjukkan bahwa waktu ekstraksi selama 5 jam menghasilkan rendemen ekstraksi yang lebih tinggi. Hal ini dikarenakan kesempatan terjadinya distribusi lemak kedalam pelarut juga semakin besar karena waktu interaksi keduanya juga semakin lama.

3.2 Optimasi Ekstraksi Pada Kepala Ikan

Optimasi ekstraksi pada kepala ikan dapat dilihat sebagaimana Gambar 2. Pada Gambar 2 terlihat bahwa volume pelarut n-heksana sebanyak 250 ml menghasilkan rendemen ekstraksi paling banyak sebesar 11,16%. Hasil ini sebagaimana penelitian Magdalena *dkk.*, (2015) dimana dilaporkan bahwa dengan bertambahnya besar volume pelarut telah meningkatkan rendemen ekstraksi.

Waktu ekstraksi optimum dilakukan selama 5 jam. Hasil ini konsisten bernilai sama dengan ekstraksi lemak dalam perut ikan. Dengan waktu ekstraksi 5 jam telah mengoptimalkan distribusi lemak dalam pelarut n-heksana. Hasil ini sesuai laporan penelitian Hambali (2014) dimana waktu kontak pelarut dengan sampel dalam proses ekstraksi dapat meningkatkan distribusi lemak dalam pelarut tersebut.



Gambar 2. Rendemen ekstraksi pada kepala ikan

3.3 Penentuan Rendemen Lemak Hasil Ekstraksi

Rendemen ekstraksi lemak dalam perut ikan bawal dan kepala ikan bawal didapatkan jumlah lemak seperti pada Tabel 1.

Tabel 1. Rendemen Lemak Ikan Bawal

Bagian Ikan	Rendemen Lemak (%) (b/b)
Kepala Ikan	6,25
Badan Ikan	11,16

Berdasarkan Tabel 1, didapatkan rendemen lemak dalam perut ikan lebih tinggi daripada dalam kepala ikan. Pada umumnya, kepala ikan terdiri dari mata, hidung, mulut, insang dan tutup insang, otak yang ditutupi oleh tulang kepala, adapun pada perut ikan terdiri dari sirip ikan, bagian pencernaan dan organ seperti hati, usus, empedu, dan jantung. Organ dan sistem organ ikan pada dasarnya tersusun atas jaringan otot dan lemak. Menurut Salamah *dkk.*, (2004) bahwa dalam metabolisme sistem pencernaan dibutuhkan energi yang tinggi. Oleh karena itu cadangan lemak yang digunakan sebagai sumber energi banyak tersedia dalam sistem pencernaan ini.

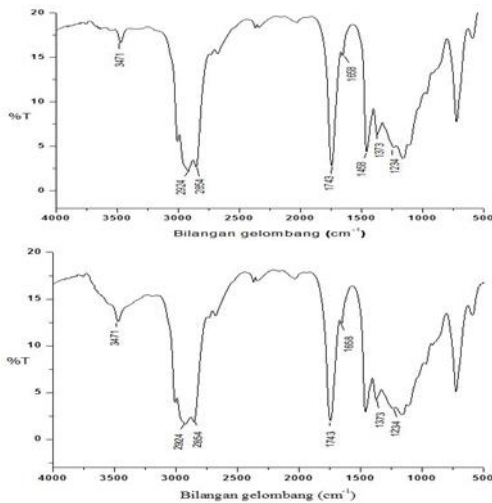
Keberadaan bahan penyusun inilah yang menyebabkan kadar lemak dalam perut ikan lebih tinggi dari kepala ikan daripada kadar lemak dalam kepala ikan. Hal ini sesuai sebagaimana dalam referensi yang menyebutkan bahwa lemak ikan menumpuk pada hati dan daging ikan (Aprianto *dkk.*, 1993).

Jumlah lemak dalam perut ikan yang relatif lebih banyak daripada kepala ikan menyebabkan jumlah volume pelarut yang dibutuhkan untuk memisahkan

lemak dari perut ikan lebih banyak daripada dalam kepala ikan. Dari Gambar 1 dan 2 diketahui bahwa volume optimum pelarut n-heksana untuk mengekstrak lemak dalam perut ikan sebanyak 300 mL dan volume optimum pelarut n-heksana untuk mengekstrak lemak dalam kepala ikan sebanyak 250 mL.

3.4 Karakterisasi Gugus Fungsional Lemak Ikan Bawal dengan FTIR Spectroscopy

Karakterisasi lemak ikan bawal menggunakan FTIR Spectroscopy didapatkan spektra FTIR pada Gambar 3.



Gambar 3. Spektra FTIR lemak (a) kepala ikan (b) perut ikan

Gambar 3 menunjukkan bahwa profil spektra lemak dalam perut ikan dan kepala ikan tidak memiliki perbedaan yang nyata karena komponen penyusun utama dari kedua lemak ini adalah sama, yaitu trigliserida. Karakter ini seperti halnya karakter trigliserida dalam lemak hewani (Rohman dkk., 2010). Hasil karakterisasi diketahui adanya vibrasi stretching dari gugus fungsi C=O yang dimiliki ester asam lemak pada bilangan gelombang 1743 cm^{-1} . Indikasi ini dikuatkan teramatinya pita serapan pada bilangan gelombang 1234 cm^{-1} , dimana menjadi karakter khas gugus C=O dari ester (Sastrohamidjojo, 2013).

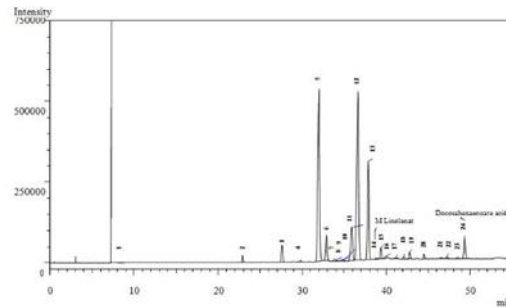
Adanya serapan gugus karbonil mengindikasikan bahwa dalam sampel lemak terdapat metil ester. Senyawa metil ester sangat penting

untuk penentuan asam lemak menggunakan KG karena metil ester merupakan komponen yang mudah menguap sehingga mengoptimalkan pemisahan menggunakan KG.

Menurut Kapitan (2013), adanya serapan pada bilangan gelombang 1658 cm^{-1} adalah serapan gugus atom C pada ikatan rangkap (C=C), dimana hal ini menjadi serapan khas ikatan gugus C=C olefin yang memiliki struktur *cis*. Serapan pada bilangan gelombang tersebut mengindikasikan terdapat asam lemak tidak jenuh dalam lemak ikan bawal.

3.5 Penentuan Asam Lemak Dengan KG

Hasil kromatogram asam lemak dari kepala ikan dan perut ikan diberikan berturut-turut pada Gambar 4 dan Gambar 5.

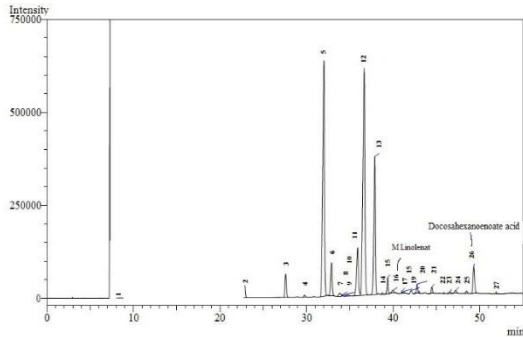


Gambar 4. Profil kromatogram asam lemak dari kepala ikan

Hasil kromatogram asam lemak pada kepala ikan teramati 24 puncak, Adapun asam lemak pada perut ikan teramati 27 puncak. Jumlah puncak ini menunjukkan jenis komponen penyusun asam lemak dalam bagian ikan tersebut. Diantara asam lemak penyusun lemak dalam ikan bawal diketahui adanya asam lemak omega-3 telah diidentifikasi sebagai asam linoleat (ALA) dan asam dokosaheksa-enoat (DHA) berdasarkan kesamaan waktu retensi dari asam lemak standar.

Berdasarkan kromatogram dalam Gambar 4 dan Gambar 5 di atas selanjutnya ditentukan kadar asam lemak omega-3 pada ikan bawal yaitu dengan menggunakan pencacah integral dalam sistem software instrument, didapatkan kadar ALA dalam kepala ikan sebesar 0,42%. Adapun kadar DHA didapatkan sebesar 3,07%. Hasil penentuan kadar asam lemak ALA dan

DHA dalam kepala ikan dan perut ikan diberikan dalam Tabel 2 dan Tabel 3.



Gambar 5. Profil kromatogram asam lemak dari perut ikan

Tabel 2. Kadar asam lemak Omega-3 dalam kepala ikan

Asam Lemak Omega-3	Waktu Retensi (menit)		Kadar (%)
	Standar	Sampel	
ALA	39,2	39,98	0,42
EPA	45,25	Tidak terdeteksi	Tidak terdeteksi
DHA	49,81	49,31	3,07

Berdasarkan Tabel 2 dan Tabel 3 diketahui bahwa dalam kedua sampel tidak teramati adanya asam lemak EPA. Menurut Pratama dkk., (2011) menyebutkan bahwa tidak teridentifikasinya suatu jenis asam lemak seperti asam lemak omega-3 EPA dapat disebabkan oleh sedikitnya kadar asam lemak EPA dalam ikan bawal tersebut. Ketentuan ini menyesuaikan dengan nilai LoD atau *Limit of Detection*. Instrumen KG memiliki nilai LoD tidak kurang dari sebesar 0,1%. Oleh sebab itu asam lemak EPA tidak teramati pada kromatogram asam lemak dalam perut ikan dan kepala ikan.

Menurut Zaid dkk (2016), senyawa-senyawa FAME (*Fatty Acid Methyl Ester*) sebagaimana senyawa DHA dan ALA, memiliki berat molekul rendah seperti asam butanoat (C4) sebesar 88,11 g/mol, asam laurat (C12) sebesar 200,31 g/mol dan asam miristat (C16) sebesar 256,42 g/mol. Berat molekul yang relatif rendah ini menyebabkan asam lemak cepat teruapkan sehingga lebih mudah terbawa keluar kolom oleh aliran gas

pembawa, oleh sebab itu menjadi cepat terdeteksi oleh detektor.

Asam eikosapenta-enoat (EPA) memiliki berat molekul relatif besar sehingga dimungkinkan tidak mudah menguap sehingga lebih sulit terdeteksi oleh detektor.

Tabel 3. Kadar asam lemak Omega-3 dalam perut ikan bawal

Asam Lemak Omega-3	Komposisi Asam Lemak (%)	
	Kepala Ikan	Badan Ikan
ALA	0,42	0,34
EPA	Tidak terdeteksi	Tidak terdeteksi
DHA	3,07	2,86
Total Omega-3	3,49	3,2

4. KESIMPULAN DAN SARAN

Optimasi ekstraksi padat cair lemak ikan bawal dengan dilakukannya variasi pelarut n-heksana sebesar 200 ml, 250 ml dan 300 ml, dan waktu ekstraksi selama 3 jam dan 5, didapatkan hasil sebagai berikut:

- Penggunaan volume pelarut yang besar dapat meningkatkan rendemen ekstraksi. Waktu ekstraksi juga dicapai dengan waktu ekstraksi selama 5 jam. Penggunaan waktu ekstraksi yang semakin lama dapat meningkatkan rendemen ekstraksi.
- Hasil karakterisasi dengan FTIR Spectroscopy ditunjukkan melalui spektra FTIR melalui beberapa serapan khas. Serapan khas tersebut Nampak pada bilangan gelombang 1743 cm^{-1} dari serapan gugus fungsional (C=O) dan bilangan gelombang 1234 cm^{-1} dari gugus fungsional C-O yang berasal dari metil ester.
- Hasil penentuan asam lemak omega-3 dalam lemak ikan bawal menggunakan kromatografi gas (KG) didapatkan adanya asam linolenat (ALA) dan asam dokosaheksa-enoat (DHA) dengan kadar masing-masing 0,33% dan 3,18% secara berturut-turut pada badan ikan, dan sebesar 0,40% dan 3,07% pada kepala

ikan. Adapun pada kepala ikan dan perut ikan tidak diidentifikasi adanya asam lemak EPA.

DAFTAR PUSTAKA

- Aprianto, A. dkk. 1983. Ekstraksi Minyak Nabati Ikan Cucut dengan Cara Silase Asam. Laporan Penelitian. Balai Penelitian. Jakarta.
- Hambali, Mulkam. 2014. Ekstraksi Antosianin dari Ubi Jalar dengan Variasi Konsentrasi Solven dan Lama Waktu Ekstraksi. Jurnal Teknik Kimia. Fakultas Teknik Universitas Sriwijaya Palembang, Vol. 20 : April 2014.
- Handayani, Sri S. dkk. 2013. Analisis Asam Lemak Omega-3 dari Minyak Kepala Ikan Sunglir (*Elagatis bipinnulata*) Melalui Esterifikasi Enzimatis. Jurnal Natur Indonesia, No. 2 Vol. 15 Hal. 75-83.
- Kapitan, Origenes B. 2013. Analisis Kandungan Asam Lemak Trans (Trans Fat) dalam Minyak Goreng Bekas Penggorengan Jajanan di Pinggir Jalan Kota Kupang. Jurnal Kimia Terapan. No. 1 Vol. 1 Hal 17-31.
- Pratama, Rusky I. dkk., 2011. Analisis Komposisi Asam Lemak yang Terkandung dalam Ikan Tongkol, Layur, dan Tengiri dari Pameungpeuk Garut. Jurnal Akuatika. Vol. II No. 2.
- Salamah, Ella dkk. 2004. Studi Tentang Asam Lemak Omega-3 dari Bagian-bagian Tubuh Ikan Kembung Laki-laki (*Rastrelliger kanagura*). Buletin Hasil Perikanan IPB Jakarta. No. 11Vol VIII.
- Sastrohamidjojo H. 2001. Spektroskopi Edisi Kedua Cetakan kedua. Penerbit Liberty. Yogyakarta.
- Zaid, Muhammad dkk. 2016. Optimasi Instrumen GC Shimadzu-2014 Terhadap Beberapa Senyawa Metil Ester Asam Lemak (FAME). Jurnal MIPA UNSRAT. No. 1. Vol 5. Hal 9.