

Improvement the Quality of Fish Oil from Waste Flouring Using Adsorbent Zeolit H5-NZA

Donatus Setyawan Purwo Handoko^{1*}, R. Yuni Ristanti², Wuryanti Handayani³
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Jember (UNEJ)

Corresponding Author: Donatus Setyawan Purwo Handoko

kreka_zeolit@gmail.com

ARTICLE INFO

Keywords: Adsorbent, Fish Oil, Quality, Refining, Zeolite

Received : 4 April

Revised : 18 April

Accepted: 20 May

©2023 Handoko, Ristanti, Handayani:

This is an open-access article distributed under the terms of the [Creative Commons Atribusi 4.0 Internasional](https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/).



ABSTRACT

Flouring process produces fish oil fractions colored dark brown and has a free fatty acid levels are high. This causes the oil fraction can be easily damaged and rancid. This problem can be overcome by purification by means of degumming first and then the fish oil the gross adsorbed using adsorbents natural zeolite (NZ) and H5-NZA with the composition of the adsorbent 10%, 15%, 20%, and 25% (w / w fish oil) on the adsorption process temperature of 50 ° C, 70 ° C, 90 ° C. Adsorbent characterization results indicate that an increase in acidity and Si / Al ratio of zeolites that have been activated are H5-NZA. Increased acidity of 0.291 mmol / gram to 3,570 mmol / gram, while increasing the ratio of Si / Al of 4.373 into 6.398. The quality of fish oil before and after the adsorbed adsorbed using adsorbents also increased. H5-NZA adsorbent provides enhanced quality greater than the natural zeolite adsorbent. Improved quality is shown with increasing adsorbent composition. Adsorbent composition that provides improved quality of most good is a composition of 25%, while the adsorption process temperature optimum at 70 ° C

Peningkatan Kualitas Minyak Ikan dari Limbah Penepungan Menggunakan Adsorben Zeolit H5-NZA

Donatus Setyawan Purwo Handoko^{1*}, R. Yuni Ristanti², Wuryanti Handayani³
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Jember (UNEJ)

Corresponding Author: Donatus Setyawan Purwo Handoko

kreka_zeolit@gmail.com

ARTICLE INFO

Kata Kunci: Adsorben, Kualitas, Minyak Ikan, Pemurnian, Zeolit

Received : 4 April

Revised : 18 April

Accepted: 20 May

©2023 Handoko, Ristanti, Handayani:

This is an open-access article distributed under the terms of the [Creative Commons Atribusi 4.0 Internasional](https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/).



ABSTRAK

Proses penepungan ikan menghasilkan fraksi minyak yang berwarna coklat gelap dan memiliki kadar asam lemak bebas yang tinggi. Hal ini menyebabkan fraksi minyak mudah rusak dan tengik. Masalah ini dapat diatasi dengan pemurnian dengan cara degumming terlebih dahulu kemudian minyak ikan kotor yang dihasilkan diadsorbsi menggunakan adsorben zeolit alam (NZ) dan H5-NZA dengan komposisi adsorben 10%, 15%, 20%, dan 25% (b/b minyak ikan) pada temperature proses adsorbsi 50°C, 70°C, 90°C. Hasil karakterisasi adsorben menunjukkan bahwa terjadi peningkatan keasaman dan rasio Si/Al pada zeolit yang sudah diaktivasi yaitu H5-NZA. Peningkatan keasaman dari 0,291 mmol/gram menjadi 3,570 mmol/gram, sedangkan peningkatan rasio Si/Al dari 4,373 menjadi 6,398. Kualitas minyak ikan sebelum diadsorbsi dan sesudah diadsorbsi menggunakan adsorben juga mengalami peningkatan. Adsorben H5-NZA memberikan peningkatan kualitas lebih besar dibandingkan dengan adsorben zeolit alam. Peningkatan kualitas ditunjukkan seiring bertambahnya komposisi adsorben. Komposisi adsorben yang memberikan peningkatan kualitas paling baik adalah komposisi 25%, sedangkan temperatur proses adsorbsi optimum pada 70°C

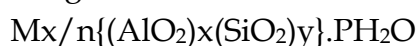
PENDAHULUAN

Proses penepungan ikan menghasilkan cairan sebagai hasil samping. Cairan tersebut mengandung fraksi air, padatan tersuspensi, dan fraksi minyak. Fraksi minyak berada pada bagian atas, dan biasa dimanfaatkan untuk berbagai keperluan seperti campuran pakan ternak, industri kimia, dan hanya sedikit dimanfaatkan untuk pangan. Pemanfaatan untuk pangan masih terbatas untuk industri petis. Warna fraksi minyak adalah coklat gelap. Hal ini disebabkan oleh bahan baku yang digunakan berasal dari ikan afkir, isi perut, dan kepala ikan. Bagian-bagian tersebut secara alami berwarna merah sampai coklat karena kaya akan hemoglobin. Masalah lain adalah tingginya kadar asam lemak bebas dalam fraksi minyak. Hal ini menyebabkan fraksi minyak mudah rusak dan tengik. Masalah ini dapat diatasi dengan pemurnian (Estiasih, 2009).

Menurut Ketaren (1986), pemurnian minyak ikan umumnya diawali dengan proses pemisahan *gum* (*degumming*). Pemisahan *gum* merupakan suatu proses pemisahan getah atau lender-lendir yang terdiri dari fosfatida, protein, residu, karbohidrat, air, resin, tanpa mengurangi jumlah asam lemak bebas dalam minyak. Proses ini dilakukan dengan dehidratasi *gum* atau kotoran lain agar bahan tersebut lebih mudah terpisah dari minyak. Proses ini dilakukan dengan cara menambahkan air panas ke dalam minyak sehingga bagian lendir terpisah dari air. Menurut Ahmadi dan Mushollaeni(2007), banyak cara yang dapat digunakan untuk memurnikan minyak. Salah satunya menggunakan zeolit.

Zeolit merupakan suatu mineral aluminosilikat dengan struktur berongga yang didalamnya ditempati ion-ion dan molekul air yang dapat bergerak bebas. Rongga atau ruang dalam mineral zeolit saling berhubungan membentuk kanal-kanal intrakristal berukuran molekuler. Tetrahedral dalam struktur tersebut ditempati oleh kation Al^{3+} ataupun Si^{4+} dengan ion-ion O^{2-} berada pada sudut-sudutnya (Smith, 1992).

Zeolit mempunyai temperatur dan tekanan yang rendah, mempunyai warna-warna khusus (hijau, coklat, merah muda, dan jingga), kekerasannya sedang dan gaya gravitasinya rendah, karena zeolit mempunyai rangka struktur terbuka dan biasanya mudah berubah tergantung susunan atomnya (Dyer, 1998). Hamdan (1992) mengatakan bahwa, Hubungan antara komposisi dan struktur zeolit sebagai berikut :



M = kation bermuatan positif n yang dapat dipertukarkan

X = jumlah Al

Y = jumlah Si

P = jumlah air kristal

Y/x = 1 sampai dengan 6

$P/x = 1$ sampai dengan 4
{ = kerangka alumina silica

Zeolit alam dari hasil tambang biasanya kurang aktif. Menurut Hamdan (1992), aktivasi diawali dengan penggerusan sampai ukuran butir tertentu dan dilanjutkan dengan penyaringan untuk mendapatkan ukuran butir yang homogen, pencucian dengan akuades dan pemanasan pada temperature tinggi. Cara aktivasi tersebut di atas sering disebut dengan aktivasi secara fisik. Aktivasi secara fisika bertujuan untuk menghilangkan pengotor organik dan air.

Aktivasi kimia dilakukan dengan menggunakan Asam Fluorida (HF) dan Asam Klorida (HCl). Zeolit direndam dengan HF 1% akan menyebabkan terjadinya dealkalinisasi dan dealuminasi. HF 1% akan membersihkan pori-pori dan permukaan zeolit dari pengotor-pengotor dan kation yang dapat larut, sedangkan perlakuan dengan HCl akan mengekstrak aluminium pada zeolit (Handoko, 2004).

Hidrotermal dilakukan dengan mengalirkan uap air pada temperatur kalsinasi. Tujuan perlakuan ini yaitu membuka pori-pori zeolit, meningkatkan stabilitas struktur, dan mengurangi kerapatan situs asam pada zeolit sehingga meningkatkan aktivitasnya. Peningkatan aktivitas ini dikarenakan terjadi pengurangan jumlah Al pada kerangka dan terbentuknya situs yang memiliki aktivitas spesifik (Handoko, 2004).

Zeolit dikenal sebagai penyaring molekuler (*molecular sieving*) karena kemampuannya dalam mengikat molekul secara selektif dan adsorpsi oleh celah-celah kosong pada zeolit yang dapat mencapai lebih dari 80% total adsorpsi. Adanya situs asam bronsted dan Lewis yang terdistribusi seragam pada sebagian besar padatnya dapat menstabilkan radikal dalam minyak. Zeolit alam yang telah diaktivasi mempunyai kemampuan sebagai adsorben. Aktivasi zeolit dengan menggunakan asam dan dilakukan secara hidrotermal membuat situs asam bronsted semakin banyak, sehingga meningkatkan kapasitas adsorbsinya (Handoko, 2009).

Berdasarkan kemampuan adsorbsinya tersebut dilakukan penelitian ini untuk mengkaji pengaruh komposisi adsorben dan temperatur proses pemurnian minyak ikan dari limbah penepungan.

METODOLOGI

A. Preparasi Zeolit

Zeolit alam (NZ) dalam bentuk butiran dihaluskan dan diayak menggunakan ayakan ukuran 80 mesh. Selanjutnyadicucimenggunakan akuades sambil diaduk, kemudian didekantasi, dikeringkan dalam oven pada temperatur 100°C selama 3 jam.

H₅-NZAdibuat dengan cara aktivasi NZ. Zeolit alam dikalsinasi dengan dialiri gas nitrogen pada temperatur 500°C selama 4 jam, kemudian dioksidasi dengan oksigen pada temperatur 400°C selama 1,5 jam. NZsebanyak 100 gram direndam dalam 250 mL larutan HF 1% (pembuatan larutan dapat dilihat pada Lampiran 3.1) dalam wadah plastik pada temperature kamar selama 10 menit. Tahap selanjutnya disaring dan dicuci berulang ulang dengan akuades sampai pH = 6. Zeolit kemudian direfluks dengan HCl 6 M (pembuatan larutan dapat dilihat pada Lampiran 3.2) selama 30 menit pada temperature 90°C sambil diaduk dengan stirer. Tahap ini dilanjutkan dengan penyaringan dan pencucian dengan akuades hingga pH = 6 kemudian, dikeringkan dan dihaluskan sehingga diperoleh NZA.

NZA merupakan natural zeolit acid, dimana zeolit mendapat perlakuan asam.NZA dikeringkan dengan oven selama 3 jam pada temperature 130 °C. Proses ini dilanjutkan dengan pemanasan NZA dengan NH₄Cl 0,1 M (pembuatan larutan dapat dilihat pada Lampiran 3.3) pada temperatur 90 °C selama 3 jam. Proses pemanasan ini diulang sebanyak 7 kali, dan diaduk selama 1 jam setelah proses pemanasan. Zeolit kemudian disaring dan dicuci dengan akuades hingga pH = 6, dikeringkan dalam oven pada temperatur 130 °C. NZA yang telah dingin dihaluskan dan diletakkan dalam cawan porselen kemudian dikalsinasi selama 4 jam, temperatur 500°C dalam Muffle Furnace (dikalsinasi tanpa gas nitrogen). NZA kemudian didinginkan kemudian dilanjutkan dengan proses hidrotermal selama 5 jam, temperatur 500°C . Hasil didinginkan dan dilanjutkan dengan proses kalsinasi menggunakan gas nitrogen selama 3 jam pada temperature 500 °C. Tahap selanjutnya yaitu pendinginan kemudian dioksidasi dengan gas oksigen selama 2 jam pada temperatur 400 °C, kemudian didinginkan dan diperoleh H₅-NZA. H₅-NZA merupakan hidrotermal NZA(Handoko *et al*, 2009).

B. Karakterisasi Zeolit

Penentuan keasaman dilakukan secara gravimetri atas dasar adsorpsi kimia gas ammonia (NH₃) oleh situs asam pada permukaan zeolit(Handoko *et al*, 2009), dan penentuan rasio Si/Al dalam zeolit dilakukan dengan cara destruksi(Handoko *et al*, 2009).

C. Preparasi Limbah Menjadi Minyak Ikan Kotor

Limbah diambil dengan cara manual yaitu mengambil bagian atas pada bak penampungan limbah sementara. Limbah sebanyak 300 mL dipanaskan sampai suhu 70°C. Tahap selanjutnya dimasukkan ke dalam corong pisah, kemudian ditambahkan air dengan suhu 70°C sebanyak 20% volume minyak, didiamkan selama 10 menit. Diamati hingga terbentuk tiga lapisan yang terdiri dari minyak, gum, dan air. Air dan Gum dikeluarkan dari corong pisah. Proses degumming ini menghasilkan minyak ikan kotor. Minyak ikan kotor dilakukan uji massa jenis, kadar air, kadar asam lemak bebas, bilangan asam, bilangan peroksida, dan bilangan iod (Astutik, 2012).

D. Karakterisasi Minyak

Minyak ikan kotor maupun minyak ikan hasil pemurnian dikarakterisasi massa jenis (Handoko *et al*, 2009), kadar air dengan metode gravimetric (Ketaren, 2008), kadar FFA dan bilangan asam menggunakan metode asidi alkalimetri (AOAC, 1995), bilangan peroksida dan bilangan iod dengan metode iodometri (AOAC, 1995).

E. Pemurnian Minyak

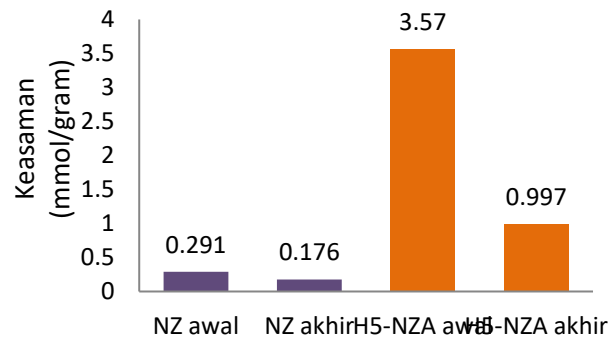
Sampel berupa minyak ikan kotor sebanyak 50 gram dimasukkan ke dalam reaktor *fluid fixed bed* yang berisi adsorben zeolit alam dengan variasi komposisi adsorben 10%, 15%, 20%, dan 25% (presentase b/b minyak ikan). Perlakuan yang sama dilakukan dengan menggunakan adsorben zeolit H₅-NZA. Selama proses reaktor dipanaskan pada variasi suhu 50°C, 70°C, 90°C. Minyak ikan kotor kontak langsung dengan adsorben baik zeolit alam maupun zeolit H₅-NZA, pada proses ini asam lemak bebas yang terkandung dalam minyak ikan kotor akan diikat oleh situs asam bronsted yang terdapat dalam zeolit kemudian hasil pemurniannya ditampung. Minyak ikan hasil pemurnian ini kemudian dikarakterisasi seperti pada prosedur D, sedangkan zeolit sisa pemurnian dikarakterisasi keasamannya dengan prosedur A.

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Karakteristik Zeolit

1. Keasaman

Keasaman didasarkan pada banyaknya amoniak yang teradsorb pada zeolit. Zeolit yang digunakan adalah zeolit alam dan H₅-NZA. Keasaman H₅-NZA awal yaitu H₅-NZ yang belum ditrapkan pada minyak ikan lebih tinggi dibandingkan dengan NZ awal. Hal ini dikarenakan zeolit alam memiliki pori-pori dan permukaan yang masih tertutup oleh pengotor sehingga kemampuannya dalam mengadsorb gas amonia kecil. Adsorben zeolit H₅-NZA telah mengalami aktivasi baik secara fisik maupun kimia sehingga memiliki banyak pori karena situs asamnya meningkat.

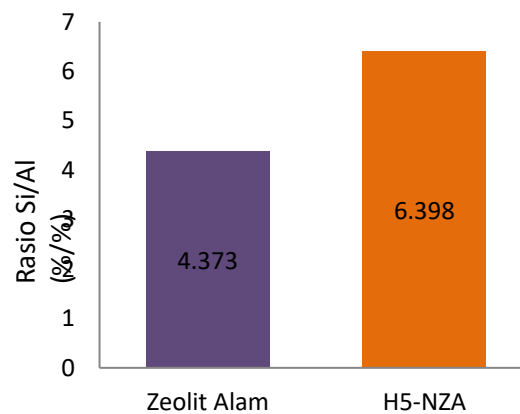


Gambar 1. Keasaman

Keasaman adsorben NZ maupun H₅-NZA yang telah digunakan pada proses pemurnian minyak mengalami penurunan. Keasaman NZ menurun setelah digunakan pada proses pemurnian. Hal serupa terjadi pada keasaman H₅-NZA. Penurunan keasaman ini dikarenakan situs asam yang terdapat pada NZ maupun H₅-NZA telah mengikat asam lemak bebas, sehingga amonia yang terikat pada keduanya semakin sedikit jumlahnya.

2. Rasio Si/Al

Rasio Si/Al adalah parameter yang penting diketahui. Hal ini dikarenakan rasio Si/Al menentukan sifat zeolit. Zeolit dengan kandungan Al yang tinggi kurang stabil pada suhu tinggi. Penentuan Rasio Si/Al dilakukan dengan Spektrokopi Serapan Atom, perhitungannya dapat dilihat pada Lampiran 4.2. Data hasil tersebut ditunjukkan pada Gambar 4.4.



Gambar 2. Rasio Si/Al

Gambar 2 menunjukkan bahwa rasio Si/Al pada H₅-NZA lebih tinggi dibandingkan dengan NZ. Hal ini dikarenakan pada NZ tidak terjadi dealuminasi. Dealuminasi terjadi saat proses dengan larutan asam, NH₄Cl, dan hidrotermal.

B. Karakteristik Minyak Kotor

Minyak ikan kotor yang diperoleh diuji awal terlebih dahulu sebelum dimurnikan. Hal ini untuk mengetahui sifat fisik dan kimia limbah. Karakterisasi sifat fisik yang diamati adalah massa jenis, sedangkan karakterisasi sifat kimia yang diamati adalah kadar air, kadar FFA, bilangan asam, bilangan peroksida, dan bilangan iod.

Massa jenis minyak ikan kotor lebih tinggi dibandingkan dengan panduan mutu IFOMA (*International of Fish Meal and Oil Manufactures*). Nilai ini menunjukkan bahwa minyak ikan kotor masih banyak mengandung pengotor sehingga massa jenisnya tidak sesuai dengan standart. Pengotor tersebut dapat berupa air, asam lemak bebas, dan lain lain. Keberadaan pengotor ini dapat ditunjukkan dengan masih banyaknya kandungan air, asam lemak bebas, maupun bilangan asam. Karakteristik lainnya adalah bilangan peroksida dan bilangan iod. Bilangan peroksida merupakan indikator ketengikan, pada minyak ikan kotor bilangan peroksidanya sudah masuk range standart, namun nilai ini masih cukup besar sehingga perlu dimurnikan kembali, sedangkan bilangan iod merupakan indikator ketidakjenuhan minyak, pada minyak ikan kotor masih dibawah standart, sehingga perlu dimurnikan agar bilangan iodnya meningkat. Hasil karakterisasi tercantum pada Tabel 1.

Tabel 1. Karakteristik Minyak Ikan Kotor

Parameter	Panduan Mutu IFOMA	Minyak Ikan Kotor
Massa jenis(g/mL)	0,90 @30°C	0,9787
Kadar air (%)	<1	1,465
Kadar asam lemak bebas (%)	≤2	8,320
Bilangan Asam (mg/g)	≤3,4	14,144
Bilangan peroksida (mek/kg)	3-20	13,455
Bilangan iod (g/100g)	110-200	94,01

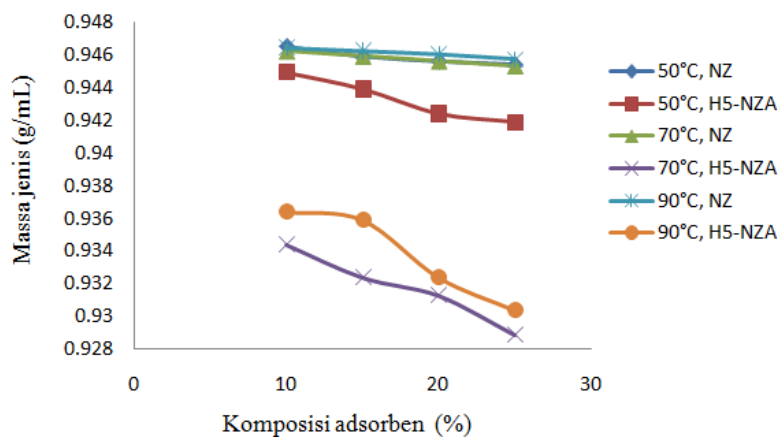
C. Karakteristik Minyak Hasil Pemurnian

1. Massa jenis

Penurunan massa jenis minyak hasil pemurnian menggunakan adsorben NZ maupun H₅-NZA terjadi seiring dengan bertambahnya komposisi adsorben yang digunakan, yakni penurunan paling besar pada komposisi adsorben 25%. Penurunan massa jenis keduanya apabila dibandingkan, massa jenis minyak yang diadsorbsi dengan NZ 25% lebih besar daripada massa jenis minyak yang diadsorbsi dengan H₅-NZA 25%. Hal ini dikarenakan zeolit H₅-NZA memiliki sisi aktif berupa situs asam yang lebih banyak dibandingkan dengan zeolit alam. Situs asam ini mampu mengikat air dan pengotor seperti asam lemak bebas.

Penurunan massa jenis pada komposisi 25% mengalami penurunan optimum pada suhu 70°C. Hal ini dikarenakan pada suhu yang semakin tinggi, energi kinetik molekul untuk terjadinya tumbukan akan semakin besar, sehingga kemampuan adsorben untuk mengadsorpsi pengotor meningkat. Massa jenis pada suhu proses 90°C mengalami peningkatan karena suhu yang terlalu tinggi dapat menyebabkan kerusakan minyak yang mengakibatkan asam lemak bebas meningkat sehingga massa jenisnya meningkat.

Massa jenis minyak ikan kotor mengalami penurunan terhadap massa jenis minyak ikan hasil pemurnian dengan adsorben NZ maupun H₅-NZA. Hal ini menunjukkan bahwa pengotor pada minyak hasil pemurnian berkurang, namun apabila dibandingkan dengan panduan mutu IFOMA (*International of Fish Meal and Oil Manufactures*) massa jenis minyak hasil pemurnian masih di bawah standart



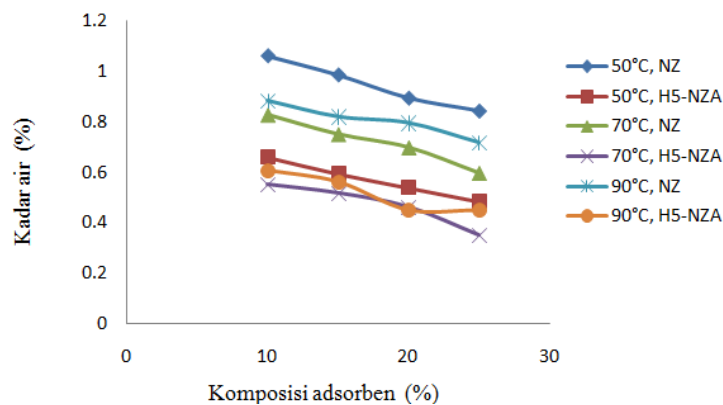
Gambar 3. Kadar Air

Kadar air merupakan parameter penting untuk menentukan kualitas minyak ikan. Minyak ikan yang baik memiliki kadar air yang rendah. Hal ini dikarenakan keberadaan kadar air akan menyebabkan minyak terhidrolisis sehingga menghasilkan asam lemak bebas yang dapat menyebabkan ketengikan pada minyak.

Kadar air minyak yang diadsorbsi oleh NZ mengalami penurunan dengan bertambahnya komposisi, yakni penurunan kadar air terbesar pada komposisi adsorben 25%. Penurunan kadar air juga terjadi pada minyak ikan yang diadsorbsi dengan H₅-NZA, apabila dibandingkan kadar air minyak yang diadsorbsi dengan H₅-NZA lebih kecil dari pada minyak yang diadsorbsi dengan NZ. Penurunan kadar air paling signifikan terjadi pada pemurnian menggunakan H₅-NZA 25%. Hal ini dikarenakan zeolit H₅-NZA memiliki sisi aktif berupa situs asam yang lebih banyak dibandingkan dengan zeolit alam. Situs asam ini mampu mengikat air dan pengotor seperti asam lemak bebas. Penurunan kadar air ini mengakibatkan penurunan massa jenis, sehingga semakin rendah kadar air yang terkandung dalam minyak ikan menyebabkan massa jenisnya semakin rendah pula.

Perlakuan dengan asam pada adsorben H₅-NZA mengakibatkan terbentuknya situs-situs aktif yang berperan dalam reaksi chemisorpsi penurunan kadar air minyak ikan. Profil kadar air dengan parameter suhu menunjukkan penurunan yang optimum pada suhu 70°C. Menurut Higgins dalam Syamsiyati (2004), ada dua kemungkinan air diadsorpsi oleh sampel zeolit yaitu air berkoordinasi dengan kation yang ada dalam pori dan kanal zeolit, atau air berikatan hidrogen dengan atom oksigen dari kerangka zeolit. Perbedaan kemampuan adsorben zeolit alam dengan adsorben H₅-NZA disebabkan oleh adanya situs aktif H⁺ pada adsorben H₅-NZA. Perlakuan asam dan hidrotermal pada pembuatan adsorben H₅-NZA menyebabkan pengotor pada zeolit terlarut sehingga pori-pori terbuka dan menjadikan adsorben H₅-NZA memiliki daya adsorpsi lebih besar.

Kadar air minyak ikan hasil pemurnian lebih kecil dibandingkan dengan kadar air minyak ikan kotor. Nilai ini apabila dibandingkan dengan standart IFOMA sudah masuk standart yaitu 1%.



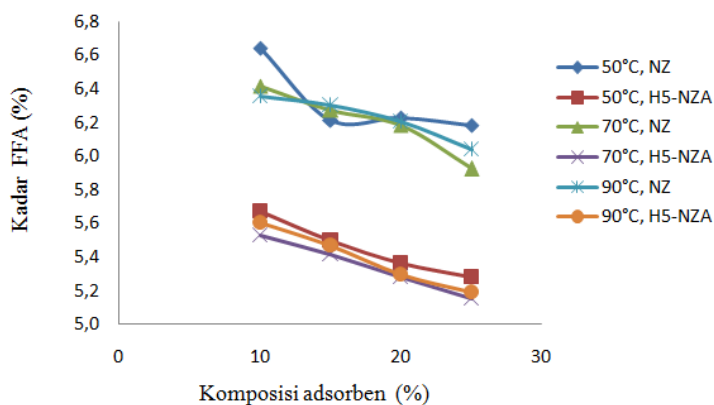
Gambar 4. Kadar Air

2. Kadar FFA (*Free Fatty Acid*) dan Bilangan Asam

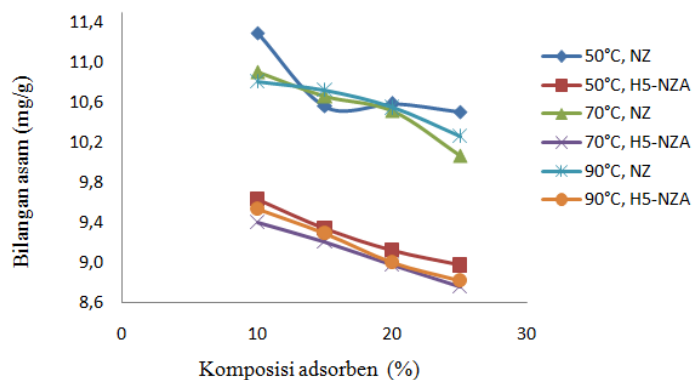
Kadar asam lemak bebas menunjukkan banyaknya asam lemak bebas yang terkandung dalam minyak, sedangkan bilangan asam merupakan banyaknya mg KOH yang dibutuhkan untuk menetralkan asam lemak bebas. Keduanya dilakukan dengan metode asidi alkalimetri. Parameter ini menunjukkan semakin besar kadar asam lemak bebas maupun bilangan asam maka semakin turun kualitasnya. Asam lemak bebas ini disebabkan oleh hidrolisis minyak. Spesi yang dapat mempercepat reaksi hidrolisis minyak adalah air.

Penurunan kadar FFA maupun bilangan asam paling signifikan pada komposisi adsorben NZ 25%. Hal yang sama terjadi pada minyak ikan yang diadsorpsi dengan H₅-NZA. Penurunan kadar FFA pada pemurnian menggunakan H₅-NZA lebih besar dibandingkan NZ. Hal ini disebabkan oleh situs asam pada H₅-NZA yang terbentuk akibat aktivasi kimia dengan larutan asam. Kemungkinan yang terjadi saat proses adsorpsi antara lain pertama, gugus karboksil pada asam lemak bebas berinteraksi dengan atom H⁺ pada zeolit. Kedua, gugus karboksil asam lemak bebas berinteraksi dengan atom H⁺ pada zeolit melalui jembatan air.

Berdasarkan data yang diperoleh, kadar asam lemak bebas mengalami penurunan setelah ditambahkan adsorben zeolit alam maupun H₅-NZA. Adsorben H₅-NZA yang memiliki keasaman lebih tinggi dibandingkan dengan adsorben zeolit alam akan meningkatkan situs asam bronsted, sehingga kapasitas adsorbsinya meningkat. Kadar asam lemak bebas menurun pada suhu proses adsorpsi 70°C, kemudian meningkat pada suhu 90°C. Kondisi ini menunjukkan pada suhu yang lebih tinggi, minyak dapat mengalami kerusakan sehingga kadar asam lemak bebasnya meningkat.



Gambar 5. Kadar FFA



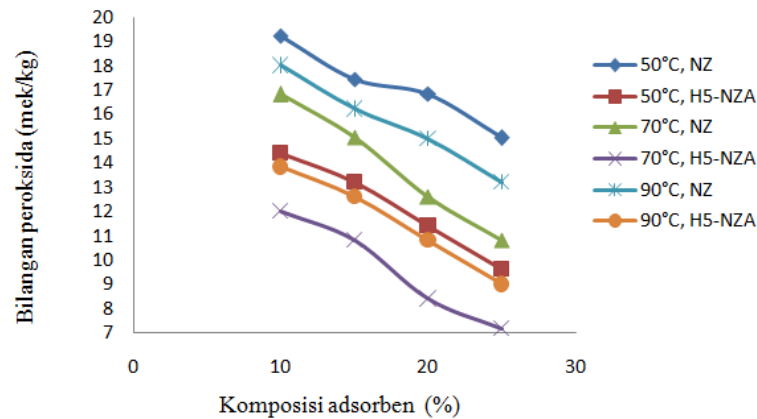
Gambar 6. Bilangan Asam

Kadar asam lemak bebas dari minyak ikan kotor menurun terhadap minyak ikan hasil pemurnian. Kadar asam lemak bebas hasil pemurnian di atas 2%, sedangkan panduan mutu standart IFOMA yaitu $\leq 2\%$.

3. Bilangan Peroksida

Menurut Ketaren (2008), bilangan peroksida merupakan nilai terpenting untuk menentukan derajat kerusakan minyak atau lemak. Asam lemak tidak jenuh dapat mengikat oksigen pada ikatan rangkapnya sehingga membentuk peroksida. Metode yang dapat digunakan untuk menentukan peroksida adalah metode iodometri.

Penurunan bilangan peroksida paling signifikan terjadi pada komposisi 25% dengan adsorben H₅-NZA. Hal ini dikarenakan H₅-NZA memiliki situs aktif yang lebih banyak dibandingkan dengan NZ sehingga dapat membentuk ikatan hidrogen dengan peroksida yang ada dalam minyak ikan. Penurunan bilangan peroksida ditunjukkan pada Gambar 14.



Gambar 7. Bilangan Peroksida

Bilangan peroksida mengalami penurunan dari suhu proses 50°C ke 70°C. hal ini berkaitan dengan waktu kontak adsorben dengan minyak. Semakin tinggi suhu proses, maka semakin lama kontak keduanya. Hal ini dikarenakan adsorben dan minyak dicampur mulai awal pemanasan. Bilangan peroksida mengalami kenaikan pada suhu lebih tinggi yaitu 90°C . Minyak yang dipanaskan pada suhu tinggi dapat mengalami kerusakan.

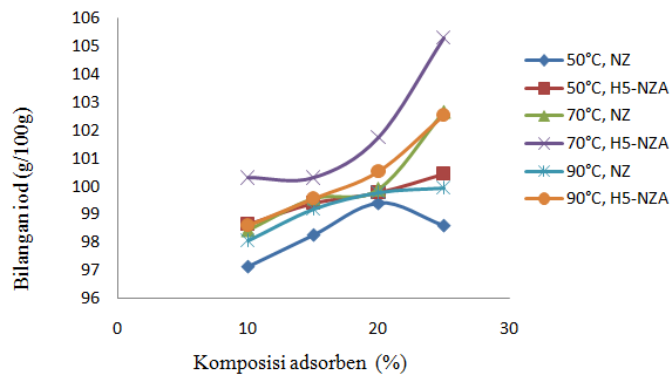
Bilangan peroksida minyak ikan kotor menurun dibandingkan dengan bilangan peroksida minyak ikan hasil pemurnian. Hal ini menunjukkan kerja adsorben dalam mengikat senyawa peroksida dalam minyak.

4. Bilangan Iod

Asam lemak yang tidak jenuh dalam minyak dan lemak mampu menyerap sejumlah iod dan membentuk senyawa yang jenuh. Besarnya jumlah iod yang diserap menunjukkan banyaknya ikatan rangkap atau ikatan tidak jenuh. Bilangan iod dinyatakan sebagai jumlah gram iod yang diserap oleh 100 gram minyak atau lemak (Ketaren, 2008).

Perubahan bilangan iod yang semakin meningkat seiring dengan bertambahnya komposisi adsorben menunjukkan minyak semakin tidak jenuh. Bilangan iod pada minyak ikan yang diadsorpsi menggunakan NZ mengalami kenaikan seiring dengan bertambahnya komposisi adsorben, kenaikan bilangan iod paling besar pada minyak yang diadsorpsi oleh adsorben 25%. Hal yang sama terjadi pada bilangan iod minyak ikan yang dimurnikan dengan H₅-NZA. Bilangan iod pada minyak yang dimurnikan H₅-NZA lebih besar dibandingkan dengan bilangan iod pada minyak yang dimurnikan dengan NZ.. Perbedaan bilangan iod pada minyak yang diadsorpsi oleh H₅-NZA dan NZ dikarenakan perbedaan jumlah situs asam pada adsorben. Adsorben H₅-NZA memiliki situs asam yang lebih tinggi dibandingkan dengan zeolit alam, sehingga dapat meningkatkan bilangan iod. Gambar 4.18 menunjukkan peningkatan bilangan

iod minyak hasil pemurnian pada berbagai variasi komposisi dan suhu adsorben.



Gambar 8. Bilangan Iod

Perubahan bilangan iod dengan variasi suhu menunjukkan nilai optimum pada suhu 70°C. Hal ini mengindikasikan bahwa peningkatan bilangan iod oleh adsorben zeolit diatas suhu tersebut dapat mengakibatkan kerusakan minyak sehingga bilangan iod menurun.

Bilangan iod dari minyak ikan kotor mengalami kenaikan pada minyak ikan hasil pemurnian. Kenaikan bilangan iod tersebut belum dapat dikatakan layak karena tidak masuk range standar panduan mutu IFOMA

KESIMPULAN DAN REKOMENDASI

Komposisi adsorben berpengaruh secara signifikan terhadap kualitas minyak ikan dari limbah penepungan . Komposisi adsorben yang memberikan peningkatan kualitas paling baik adalah komposisi 25% ditunjukkan dengan peningkatan kualitas massa jenis minyak dari 0,9787 g/mL menjadi 0,9289 g/mL ; kadar air dari 1,465% menjadi 0,3524 % ; kadar FFA 8,320% menjadi 5,154% ; bilangan asam 14,144 mg/g menjadi 8,761mg/g; bilangan peroksida 13,455 mek/kg menjadi 2,883 mg/g; dan bilangan iod 94,01g/100g menjadi 105,290 g/100g. Temperatur berpengaruh secara signifikan terhadap peningkatan kualitas minyak ikan dari limbah penepungan. Temperatur proses optimum pada 70°C dengan komposisi 25%.

DAFTAR PUSTAKA

Ahmadi dan Mushollaeni, W. 2007. Aktivasi Kimiawi Zeolit Alam untuk Pemurnian Minyak Ikan dari Hasil Samping Penepungan Ikan Lemuru (*Sardinella longiceps*). *Jurnal Teknologi Pertanian*. Vol. 8 (2): 71-79.

AOAC. (1995). Official methods of analysis 16th Ed. Washington DC, USA : Association of official analytical chemists.

- Astutik, S. 2012. Pengaruh Variasi bahan Pemucat Terhadap Karakteristik Fisika, Kimia, dan Komposisi Minyak Ikan Hasil Pemurnian Limbah penepungan Ikan. *Skripsi*. Jember: Kimia FMIPA Universitas Jember.
- Dyer, A. 1988. *An Introduction to Zeolite Molecular Sieves*. Great Britain: John Wiley and Sons Ltd.
- Estiasih, T. 2009. *Minyak Ikan*. Yogyakarta: Graha Ilmu.
- Hamdan, H. 1992. *Introduction to Zeolites: Synthesis, Characterization, and Modification*. Malaysia: University Teknologi Malaysia.
- Handoko, D. S. P. 2004. Modifikasi Zeolit Alam dan Karakterisasinya sebagai Perengkahan Asap Cair Kayu Bengkirai. *Tesis*. Yogyakarta: Pasca Sarjana UGM.
- Handoko, Triyono, Narsito, Dwi. 2009. Peningkatan Kualitas Minyak Jelantah Menggunakan Adsorben H5-NZAdalam Reaktor Sistem Fluid Fixed Bed. *Jurnal Ilmu Dasar*. Vol. 10 (2): 121-132.
- Junaidi, H.F. 2012. Uji Aktivitas Dan Selektivitas Katalis Ni/H₅-NZA dalam Proses Hidrorengkah Metil Ester Minyak Kelapa Sawit (Mepo) Menjadi Senyawa Hidrokarbon Fraksi Pendek. *Skripsi*. Jember : Kimia FMIPA Universitas Jember.
- Ketaren, S. 1986. *Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan*. Jakarta: UI Press.
- Khaeruddin, J.M., E.Cathaputra. dan H.P. Winoto. 2007. *Produksi Isopropil Alkohol Murni untuk Aditif Bensin yang Ramah Lingkungan sebagai Wujud Pemanfaatan Produk Sampi ng pada Industri Gas Alam*. Bandung: ITB.
- Smith, K. 1992. *Solid Support and Catalyst in Organic Synthesis*. London: Ellis Horwood PTR.
- Yusman, I.Y. 2012. Aktivitas dan Selektivitas Katalis Ni/H₅-NZA dalam perengkahan Minyak Kelapa Sawit Menjadi Senyawa Hidrokarbon Fraksi Pendek. *Skripsi*. Jember : Kimia FMIPA Universitas Jember.