



Yayasan Bina Patria Nusantara Malang  
**UNIVERSITAS TRIBHUWANA TUNGGADDEWI MALANG**  
**FAKULTAS PERTANIAN**

Jl. Telaga Warna, Tlogomas, Malang 65144 - Indonesia, Telp. 0341 - 565500, Fax. 0341 - 565522  
Program Studi : Agribisnis, Agroteknologi, Arsitektur Lansekap, Teknologi Industri Pertanian, Peternakan

**SURAT REKOMENDASI**

**No. 5635 /TB.FP/KP-510/XI/2019**

Dekan Fakultas Pertanian Universitas Tribhuwana Tunggaladewi, dengan ini memberikan rekomendasi kepada :

Nama : Dr. Ir. Kgs Ahmadi, MP  
NIP : 196512271991031004  
Unit Kerja : LL Dikti dpk pada PS TIP Fakultas Pertanian Universitas  
Tribhuwana Tunggaladewi

Mengajukan paten dengan judul “Metode Pembuatan Minyak Kaya Asam Lemak Omega-3” sebagai anggota inventor untuk diajukan sebagai kum dalam pengusulan jabatan Guru Besar. Paten yang telah di Ganted sesuai dengan bidang keahlian dan mata kuliah yang diampu. Bersama surat rekomendasi ini disertakan sertifikat paten dan bukti fisik (deskripsi paten).

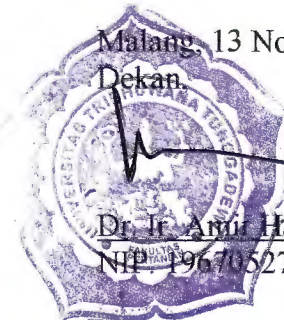
Demikian Surat Rekomendasi ini dibuat untuk digunakan sebagaimana mestinya

Malang, 13 November 2019

Dekan.

  
Dr. Ir. Anur Hamzah, MP

NIP. 19670527 200501 100





REPUBLIK INDONESIA  
KEMENTERIAN HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA

**SERTIFIKAT PATEN**

Menteri Hukum dan Hak Asasi Manusia atas nama Negara Republik Indonesia berdasarkan Undang-Undang Nomor 13 Tahun 2016 tentang Paten, memberikan hak atas Paten kepada:

Nama dan Alamat Pemegang Paten

: LPPM UNIVERSITAS BRAWIJAYA  
Jl. Veteran No. 1, Malang 65145  
INDONESIA

Untuk Invensi dengan Judul

: METODE PEMBUATAN MINYAK KAYA ASAM LEMAK  
OMEGA-3

Inventor

: Dr. Teti Estiasih, STP, MP  
Ir. Kgs. Ahmadi, MP  
Jaya Mahar Maligan, STP  
Mokhammad Nur, STP, M.Sc

Tanggal Penerimaan

: 11 November 2011

Nomor Paten

: IDP000046290

Tanggal Pemberian

: 14 Juni 2017

Perlindungan Paten untuk invensi tersebut diberikan untuk selama 20 tahun terhitung sejak Tanggal Penerimaan (Pasal 22 Undang-Undang Nomor 13 Tahun 2016 tentang Paten).

Sertifikat Paten ini dilampiri dengan deskripsi, klaim, abstrak dan gambar (jika ada) dari invensi yang tidak terpisahkan dari sertifikat ini.



a.n. MENTERI HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA  
DIREKTUR JENDERAL KEKAYAAN INTELEKTUAL

Dr. Freddy Harris, S.H., LL.M., ACCS.  
NIP. 196611181994031001

(12) PATEN INDONESIA

(11) IDP000046290 B

(19) DIREKTORAT JENDERAL  
KEKAYAAN INTELEKTUAL

(45) 14 Juni 2017

(51) Klasifikasi IPC<sup>8</sup> : C 11C 1/04, C 11C 1/00

(21) No. Permohonan Paten : P00201100690

(22) Tanggal Penerimaan: 11 November 2011

(30) Data Prioritas :  
(31) Nomor (32) Tanggal (33) Negara

(43) Tanggal Pengumuman: 30 Mei 2013

(56) Dokumen Pembanding:  
US 5935828  
US 7179491  
US 6204401  
US 6190715

(71) Nama dan Alamat yang Mengajukan Permohonan Paten :  
LPPM UNIVERSITAS BRAWIJAYA  
Jl. Veteran No. 1, Malang 65145  
INDONESIA

(72) Nama Inventor :  
Dr. Teti Estiasih, STP, MP, ID  
Ir. Kgs. Ahmadi, MP, ID  
Jaya Mahar Maligan, STP, ID  
Mokhammad Nur, STP, M.Sc, ID

(74) Nama dan Alamat Konsultan Paten :

Pemeriksa Paten : Dwi Jatmiko Cahyono, S.T.

Jumlah Klaim : 4

(54) Judul Invensi : METODE PEMBUATAN MINYAK KAYA ASAM LEMAK OMEGA-3

(57) Abstrak :

Invensi ini bertujuan untuk mendapatkan minyak kaya asam lemak omega-3 yang aman dan sederhana dengan kristalisasi pelarut suhu rendah. Sumber minyak yang digunakan adalah minyak ikan atau sumber asam lemak omega-3 yang lain termasuk minyak hasil samping pengalengan tuna. Metode pembuatan minyak kaya asam lemak omega-3 dengan kristalisasi suhu rendah dengan tahapan sebagai berikut: hidrolisis asam lemak omega-3 sehingga diperoleh asam lemak bebas, mencampur asam lemak dengan aseton pada rasio aseton:asam lemak 5:1 sampai 7:1; melakukan kristalisasi pelarut suhu rendah dengan cara menginkubasi campuran pada suhu  $\leq -20^{\circ}\text{C}$  selama 24-48 jam; melakukan penyaringan untuk memisahkan asam lemak yang mengkristal dengan larutan; melakukan penguapan pelarut sehingga diperoleh minyak kaya asam lemak omega-3. Minyak kaya asam lemak omega-3 yang diperoleh mempunyai kadar EPA+DHA sebesar 87,63%.

Deskripsi**METODE PEMBUATAN MINYAK KAYA ASAM LEMAK OMEGA-3**5 **Bidang Teknik Invensi**

Invensi ini berhubungan dengan metode pembuatan minyak kaya asam lemak omega-3 menggunakan teknik kristalisasi pelarut suhu rendah dalam bentuk asam lemak bebas.

10

**Latar Belakang Invensi**

Metode pembuatan minyak kaya asam lemak omega-3 ditujukan untuk mendapatkan minyak tinggi asam lemak omega-3 terutama asam eikosapentaenoat (EPA, *eicosapentaenoic acid*) dan asam dokosaheksaenoat (DHA, *docosahexaenoic acid*) dalam bentuk asam lemak bebas. Metode ini dikembangkan untuk mengatasi kelemahan kristalisasi urea dalam pembuatan konsentrat asam lemak omega-3 yaitu kemungkinan terbentuknya metil karbamat yang potensial bersifat karsinogenik. Metode yang dikembangkan juga ditujukan untuk mendapatkan minyak kaya asam lemak omega-3 yang lebih sederhana dan ekonomis tanpa menggunakan pelarut metanol yang berbahaya.

Invensi terdahulu untuk memperoleh minyak dengan kadar asam lemak omega-3 tinggi dalam bentuk asam lemak bebas adalah kristalisasi urea (Haagsma *et al.*, 1982, *J. Am. Oil Chem. Soc.* 59(3): 117-118; Ackman *et al.*, 1988, *J. Am. Oil Chem. Soc.* 65(1): 136-138; Ganga *et al.*, 1998, *J. Am. Oil Chem. Soc.* 75(6): 233-235; Wanasundara dan Shahidi, 1999, *Food Chemistry* 65: 41-49; Hwang dan Liang, 2001, *J. Am. Oil Chem. Soc.* 78(5): 473-476). Kristalisasi urea mempunyai kelemahan yaitu kemungkinan pembentukan metil karbamat yang bersifat karsinogenik dan penggunaan metanol pada proses

kristalisasi yang beresiko berbahaya. Oleh karena itu, teknik kristalisasi pelarut suhu rendah diaplikasikan pada asam lemak hasil hidrolisis untuk mendapatkan minyak kaya asam lemak omega-3.

- 5           Invensi sebelumnya tentang metode pembuatan minyak yang mengandung asam lemak  $\omega$ -3 menunjukkan ada perbedaan proses pembuatan dan bahan baku minyak yang digunakan.

US 7,737,289 B2 tentang invensi yang berkaitan dengan proses memperkaya PUFA dalam bentuk campuran ester asam lemak yang mengandung gugus asil PUFA dan gugus asil asam lemak lainnya. Proses tersebut meliputi mencampurkan campuran ester asam lemak dengan lipase dan air; air mempunyai pH di atas 7 dan mengandung garam metal yang akan membentuk garam dengan asam lemak bebas dalam air dengan kelarutan rendah; lipase mempunyai selektivitas yang negatif terhadap gugus asil PUFA sehingga asam lemak lain selain PUFA akan terhidrolisis menyebabkan PUFA terpisah dari asam lemak lainnya. Kelemahan invensi ini adalah penggunaan enzim lipase yang perlu penanganan yang baik dan terkontrol.

20           US 7,179,491 tentang invensi minyak dalam bentuk trigliserida dari hewan laut, baik mamalia maupun ikan, dengan memperlakukan menggunakan silika pada suhu rendah dan kondisi vakum. Kemudian diberi perlakuan tanah pemucat pada kondisi vakum dan suhu tinggi. Kemudian silika dan tanah pemucat dipisahkan dari minyak. Proses ini menghasilkan minyak yang bebas dari material mengandung protein, fosfatida dan lendir, dan logam pro-oksidan dan mempunyai kadar asam lemak tidak jenuh rantai panjang yang tidak berubah. Kelemahan invensi ini adalah penggunaan suhu tinggi dapat menyebabkan kerusakan asam lemak omega-3.

30           US 6,713,447 tentang metode pemurnian minyak kaya asam lemak omega-3 dari mamalia laut. Metode tersebut meliputi metode ekstraksi minyak dan protein dari karkas anjing laut

dan mamalia laut lainnya. Fraksinasi untuk mendapatkan minyak dengan kadar asam lemak omega-3 yang tinggi dilakukan dengan metode pengaturan tekanan dan suhu rendah. Kelemahan invensi ini adalah penggunaan tekanan vakum yang memerlukan peralatan khusus.

US 6,204,401 tentang pemurnian gliserida PUFA dengan cara fraksinasi cairan superkritis (*supercritical fluid fractionation*). Kelemahan invensi ini adalah penggunaan cairan superkritis yang memerlukan peralatan khusus untuk mengubah gas menjadi cairan.

US 6,190,715 tentang metode pembuatan minyak ikan yang mengandung asam lemak omega-3, sehingga dihasilkan minyak ikan yang memenuhi kualitas minyak makan (*edible quality refined fish oil*). Bahan yang digunakan adalah cairan hasil samping pengolahan ikan yang mengandung air dan minyak. Enzim yang terdapat dalam cairan tersebut dideaktivasi dengan larutan asam. Setelah minyak dipisahkan, minyak difiltrasi pada suhu dingin untuk mendapatkan fraksi stearin dan olein. Asam lemak yang terdapat dalam fraksi olein dihilangkan. Pemucatan minyak ikan dilakukan dengan menggunakan silika amorf dan *diatomeous earth* pada kondisi vakum. Deodorisasi dilakukan pada kondisi vakum dengan menggunakan uap air. Proses ini menghasilkan retensi asam lemak omega-3 98%. Kelemahan invensi ini adalah proses minyak yang diperoleh dalam bentuk trigliserida sehingga rendemen rendah.

Invensi sebelumnya menunjukkan bahwa teknik kristalisasi urea diaplikasikan pada minyak dalam bentuk trigliserida untuk memperkaya minyak dengan dengan trigliserida yang mengandung asam lemak yang tidak jenuh (Ahmadi, 2006, Agritek 14(3): 580-593; Chen dan Ju, 2001, J. Am. Oil Chem. Soc. 78:485-488). Kelemahan invensi tersebut adalah minyak ikan masih dalam bentuk trigliserida sehingga tingkat

pengayaan atau peningkatan asam lemak omega-3 menjadi rendah. Pada invensi ini, dikembangkan teknik pembuatan minyak kaya asam lemak omega-3 berdasarkan perbedaan titik leleh dari masing-masing jenis asam lemak. Hidrolisis dilakukan untuk mendapatkan asam lemak omega-3 dalam bentuk asam lemak bebas, dengan tujuan meningkatkan kadar asam lemak omega-3 dalam minyak kaya asam lemak omega-3 yang dihasilkan. Teknik yang dikembangkan ini lebih aman, karena setelah dihidrolisis, dilakukan kristalisasi pelarut suhu rendah dengan pelarut yang digunakan adalah aseton tanpa digunakan bahan kimia yang lain. Asam lemak omega-3 karena mempunyai titik leleh yang sangat rendah, pada proses kristalisasi pelarut suhu rendah tidak mengkristal sehingga terpisah dari asam lemak yang lebih jenuh. Akibatnya terjadi peningkatan asam lemak omega-3 dalam fraksi yang tidak mengkristal. Pelarut kemudian dipisahkan dan diperoleh minyak kaya asam lemak omega-3.

Metode pembuatan minyak kaya asam lemak omega-3 dilakukan pertama kali dengan melakukan hidrolisis trigliserida dari minyak ikan dilanjutkan dengan kristalisasi pelarut suhu rendah. Proses hidrolisis dilakukan dengan menggunakan KOH dalam metanol menghasilkan sabun. Selanjutnya sabun diubah menjadi asam lemak bebas melalui proses pengasaman. Asam lemak bebas kemudian diekstraksi dan pelarut dievaporasi sehingga diperoleh minyak dalam bentuk asam lemak bebas. Keunggulan bentuk asam lemak bebas adalah mudah diserap oleh tubuh sehingga ketersediaan hayatinya paling tinggi dibandingkan bentuk trigliserida atau metil/etil ester asam lemak.

Selanjutnya asam lemak bebas didinginkan pada suhu -40°C untuk memisahkan asam lemak jenuh dan tidak jenuh. Asam lemak jenuh akan mengkristal sedangkan asam lemak tidak jenuh tetap bersifat cair. Pada proses kristalisasi ini

digunakan pelarut sehingga asam lemak yang tidak jenuh termasuk asam lemak omega-3 akan berada dalam pelarut. Setelah melalui proses penyaringan, asam lemak jenuh yang memadat akan terpisah dengan pelarut yang mengandung asam lemak tidak jenuh. Selanjutnya pelarut diuapkan sehingga diperoleh minyak kaya asam lemak omega-3.

Tujuan invensi ini adalah menyediakan metode pembuatan minyak kaya asam lemak omega-3 yang sederhana dan aman. Teknik ini sederhana karena tidak ada tahapan kristalisasi urea dan tidak memerlukan tahapan ekstraksi asam lemak omega-3 seperti pada metode kristalisasi urea. Teknik ini juga tidak memerlukan pembentukan droplet minyak ikan seperti pada teknik pemadatan cepat. Teknik ini bersifat aman karena tidak menggunakan metanol serta tidak ada kemungkinan pembentukan metil karbamat seperti pada kristalisasi urea.

#### **Uraian Singkat Invensi**

Invensi ini menghasilkan metode pembuatan minyak kaya asam lemak omega-3 dari minyak ikan atau sumber asam lemak omega-3 lainnya, termasuk minyak hasil samping pengolahan ikan seperti minyak hasil samping pengalengan tuna. Bahan baku yang digunakan pada invensi ini adalah minyak hasil samping pengalengan tuna yang tinggi DHA. Metode pembuatan minyak kaya asam lemak omega-3 dari minyak hasil samping pengalengan tuna terdiri dari tahapan sebagai berikut:

- a. melakukan saponifikasi atau penyabunan minyak;
- 30 b. menambahkan pelarut;
- c. membuang fraksi tidak tersabunkan;
- d. mengasamkan larutan sampai pH 1;
- e. menguapkan pelarut;



- f. melarutkan asam lemak dalam pelarut;
- g. menginkubasi larutan pada suhu rendah;
- h. menyaring larutan dan membuang residu padat;
- i. menguapkan pelarut;
- 5 j. diperoleh minyak kaya asam lemak omega-3.

### **Uraian Lengkap Invensi**

Bahan baku yang digunakan adalah minyak ikan dengan  
10 bahan baku yang disukai adalah minyak hasil samping  
pengalengan tuna. Minyak hasil samping pengalengan tuna  
mempunyai keunggulan mengandung DHA dalam kadar tinggi.  
Pembuatan minyak kaya asam lemak omega-3 dari minyak hasil  
samping pengalengan tuna dilakukan sebagai berikut:

15

#### **a. Saponifikasi**

Sebanyak 1000 g minyak hasil samping pengolahan ikan  
dicampur dengan 2000 ml larutan NaOH dalam air/etanol dan  
diaduk selama 30 menit pada suhu 60°C. Setelah saponifikasi  
20 ditambahkan 400 ml air. Larutan NaOH disiapkan dengan cara  
melarutkan 480 g NaOH dan 5 g Na<sub>2</sub>EDTA dalam 1600 ml air. Ke  
dalam larutan ini ditambahkan 1600 ml etanol.

#### **b. Ekstraksi asam lemak**

25 Heksana sebanyak 4000 ml ditambahkan dan diaduk selama  
1 jam. Lapisan atas (sekitar 1600 ml) mengandung bahan  
tidak tersabunkan dan dibuang. HCl pekat ditambahkan pada  
lapisan bawah dan diaduk sampai pH mencapai 1. Dua lapisan  
akan terbentuk. Lapisan bawah dibuang dan lapisan atas  
30 (lapisan heksana) diambil dan dievaporasi sampai semua  
pelarut habis pada suhu 30°C.

### c. Kristalisasi pelarut suhu rendah

Minyak (dalam bentuk asam lemak bebas) dari hasil ekstraksi asam lemak dilarutkan dalam aseton dengan rasio pelarut (aseton):asam lemak (v/b) pada rasio 4,586:1 sampai 7,414:1 (Tabel 1). Campuran asam lemak-aseton tersebut kemudian diinkubasi pada freezer bersuhu  $-40^{\circ}\text{C}$  selama 19,032-52,968 jam (Tabel 1). Setelah inkubasi, kristal yang terbentuk dipisahkan dari pelarut dengan cara penyaringan pada suhu rendah. Selanjutnya, minyak yang tidak mengkristal dipisahkan dari pelarut dengan cara evaporasi vakum. Kadar EPA+DHA yang diperoleh berkisar dari 64,36-81,06%.

Tabel 1. Variasi rasio pelarut (aseton):asam lemak (b/v) dan lama kristalisasi pelarut suhu rendah (jam) dan kadar EPA+DHA yang dihasilkan

No	Variabel Asli		Variabel Kode		Kadar EPA	Kadar DHA	Kadar EPA+DHA
	RasioPelarut:Asam Lemak (v/b)	Lama (jam)	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>			
1	5:01	24	-1	-1	12.45	63.80	76.25
2	5:01	48	-1	1	12.47	62.86	75.33
3	7:01	24	1	-1	12.33	63.74	76.07
4	7:01	48	1	1	12.81	66.90	79.71
5	6:01	36	0	0	12.43	66.47	78.91
6	6:01	36	0	0	12.71	65.62	78.32
7	6:01	36	0	0	13.21	67.85	81.06
8	6:01	36	0	0	12.67	66.66	79.33
9	6:01	36	0	0	13.82	66.61	80.43
10			-				
	4,586 : 1	36	1,414	0	13.16	63.04	76.21
11	7,414 : 1	36	1,414	0	10.33	54.02	64.36
12							
	6:01	19,032	0	1,414	12.09	62.47	74.56
13	6:01	52,968	0	1,414	11.62	58.61	70.23

Respon kadar EPA+DHA yang tinggi tercapai pada rasio pelarut:asam lemak 5:1 sampai 7:1 dengan lama kristalisasi pelarut suhu rendah 24-48 jam. Kondisi optimum untuk

mendapatkan kadar EPA+DHA berdasarkan analisis metodologi permukaan respon (RSM=*Response Surface Methodology*) adalah rasio pelarut:asam lemak 5,73:1 dan lama kristalisasi pelarut suhu rendah 34,05 jam. Pada kondisi optimum ini

5 kadar EPA+DHA yang diperoleh adalah 87,63% dengan peningkatan dibandingkan minyak ikan asal sebesar 2,82 kali atau 282%. Komposisi minyak kaya asam lemak omega-3 pada kondisi kristalisasi pelarut suhu rendah optimum dapat dilihat pada Tabel 2.

10

Tabel 2. Komposisi asam lemak minyak hasil samping (MHS) pengalengan tuna asal dan minyak kaya asam lemak omega-3

Jenis Asam Lemak	Kadar (%)	
	MHS Pengalengan Tuna	Minyak Kaya Asam Lemak Omega-3
Kaproat (C8:0)	td	0,31
Kaprat (C10:0)	td	1,06
Miristat (C14:0)	4,59	-
Palmitat (C16:0)	21,05	0,14
Palmitooleat (C16:1)	5,90	0,59
Stearat (C18:0)	5,65	-
Oleat (C18:1)	24,66	-
Linoleat (C18:2)	1,84	0,27
Linolenat (C18:3)	0,51	-
Arakhidat (C20:0)	0,62	3,33
Dokosanoat (C22:0)	0,44	0,16
Dokosaenoat (C22:1)	0,78	5,48
EPA(C20:5)	7,26	14,17
Tetrakosanoat (C24:0)	2,94	1,03
DHA (C22:6)	23,77	73,46
EPA+DHA	31,03	87,63

15

**Klaim**

1. Suatu metode pembuatan minyak kaya asam lemak omega-3 dengan kristalisasi pelarut suhu rendah, dilakukan dengan tahapan sebagai berikut:
  - a. melarutkan asam lemak hasil hidrolisis dalam pelarut;
  - b. melakukan kristalisasi,
  - c. menyaring larutan dan membuang residu padat;
  - d. menguapkan pelarut,dicirikan dengan kristalisasi menggunakan pelarut pada suhu rendah yaitu  $\leq -20^{\circ}\text{C}$  dan yang paling disukai adalah  $-40^{\circ}\text{C}$ , dan dicirikan dengan rasio pelarut:asam lemak yang digunakan adalah sebesar 5:1 sampai 7:1
2. Metode pembuatan minyak kaya asam lemak omega-3 seperti pada klaim 1, dimana pelarut yang digunakan adalah aseton.
3. Metode pembuatan minyak kaya asam lemak omega-3 seperti pada klaim 1, dimana rasio pelarut:asam lemak yang digunakan paling disukai adalah 5,73:1.
4. Metode pembuatan minyak kaya asam lemak omega-3 seperti pada klaim 1, dimana lama kristalisasi dilakukan selama 24-48 jam dan yang disukai adalah 34,05 jam.

Abstrak**METODE PEMBUATAN MINYAK KAYA ASAM LEMAK OMEGA-3**

5           Invensi ini bertujuan untuk mendapatkan minyak kaya asam lemak omega-3 yang aman dan sederhana dengan kristalisasi pelarut suhu rendah. Sumber minyak yang digunakan adalah minyak ikan atau sumber asam lemak omega-3 yang lain termasuk minyak hasil samping pengalengan tuna.

10           Metode pembuatan minyak kaya asam lemak omega-3 dengan kristalisasi suhu rendah dengan tahapan sebagai berikut: hidrolisis asam lemak omega-3 sehingga diperoleh asam lemak bebas, mencampur asam lemak dengan aseton pada rasio aseton:asam lemak 5:1 sampai 7:1; melakukan kristalisasi  
15           pelarut suhu rendah dengan cara menginkubasi campuran pada suhu  $\leq -20^{\circ}\text{C}$  selama 24-48 jam; melakukan penyaringan untuk memisahkan asam lemak yang mengkristal dengan larutan; melakukan penguapan pelarut sehingga diperoleh minyak kaya asam lemak omega-3. Minyak kaya asam lemak omega-3 yang  
20           diperoleh mempunyai kadar EPA+DHA sebesar 87,63%.

25