

NEAR-INFRARED GENGAM UNTUK PENILAIAN MUTU MINYAK IKAN DARI MATA TUNA BEKU

Bambang Riyanto, Kustiariyah Tarman, Wini Trilaksani, Ghina Eka Pratiwi
Departemen Teknologi Hasil Perairan, Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan, IPB University
Jl. Agatis, Kampus IPB Darmaga, Bogor, Indonesia
E-mail koresponding: bambangriyanto@apps.ipb.ac.id

ABSTRAK

Mutu minyak ikan kaya *docosahexaenoic acid* (DHA) memiliki keterkaitan yang signifikan dengan bahan baku mata tuna. Penanganan dan penyimpanan beku mata tuna masih dihadapkan pada kondisi yang belum optimal dan membutuhkan kepraktisan akan analisis terhadap kandungan minyak ikan. *Near-infrared* (NIRS) genggam menjadi alternatif potensial dalam menganalisis minyak ikan seiring perkembangan perangkat seluler modern. Tujuan penelitian adalah menentukan mutu (asam lemak bebas, bilangan peroksida) dan kandungan asam lemak minyak ikan dari mata tuna dengan kondisi penyimpanan beku menggunakan NIRS genggam. Penelitian mencakup penentuan karakteristik mata tuna pada kondisi penyimpanan beku, dilanjutkan dengan ekstraksi dan analisis mutu (asam lemak bebas, bilangan peroksida) serta kandungan asam lemak minyak ikan. Data yang diperoleh dikorelasikan dengan spektrum NIRS genggam menggunakan model kuadrat terkecil parsial (PLS). Hasil penelitian menunjukkan bahwa kandungan asam lemak bebas dan bilangan peroksida minyak ikan pada penyimpanan beku mata tuna 6 bulan adalah $8,39 \pm 3,47$ % dan $180,3 \pm 13,31$ mEq O₂/kg, sementara pada penyimpanan beku 12 bulan adalah $3,43 \pm 0,69$ % dan $149,9 \pm 30,59$ mEq O₂/kg. Kandungan DHA minyak ikan pada kondisi penyimpanan beku mata tuna masih tetap tinggi, yaitu $25,49 \pm 0,03$ % dan $26,16 \pm 1,30$ %. *Near-infrared* genggam memberikan penilaian dan informasi relevan terhadap mutu minyak ikan dari kondisi penyimpanan beku mata tuna, sebagaimana ditunjukkan dengan nilai korelasi R²-Pearson DHA dan EPA, yaitu 0,98, serta nilai *root mean squared error*-RMSE untuk kalibrasi DHA adalah 0,08 dan EPA 0,02, sedangkan RMSE validasi DHA adalah 0,12 dan EPA 0,04.

Kata kunci: kemometrik; omega-3; pangan fungsional; rantai pasok; *Thunnus albacares*

HANDHELD NEAR-INFRARED FOR QUALITY ASSESSMENT OF FROZEN TUNA EYE FISH OIL

ABSTRACT

The quality of fish oil rich in docosahexaenoic acid (DHA) was significantly correlated with the raw material from tuna eyes. The handling and freezing storage of tuna eyes are still confronted with suboptimal conditions, and there is a need for practicality in analyzing the content of fish oil. Near-infrared (NIRS) handheld devices emerged as a potential alternative for analyzing fish oil with the development of modern mobile devices. The research aimed to determine the quality (free fatty acids, peroxide value) and fatty acid content of fish oil from tuna eyes under frozen storage conditions using NIRS handheld technology. The study included determining the characteristics of tuna eyes under frozen storage conditions, followed by the extraction and analysis of the quality (free fatty acids, peroxide value) and fatty acid content of fish oil. The data obtained were correlated with NIRS handheld spectra using the partial least squares (PLS) model. The research results indicated that the content of free fatty acids and peroxide value of fish oil after storing tuna eye raw materials for 6 months was 8.39 ± 3.47 % and 180.3 ± 13.31 mEq O₂/kg, respectively. Meanwhile, after 12 months of frozen storage, these values were 3.43 ± 0.69 % and 149.9 ± 30.59 mEq O₂/kg. The DHA content of fish oil under frozen storage conditions remained high, at 25.49 ± 0.03 % and 26.16 ± 1.30 %. Near-infrared handheld devices provided assessments and relevant information regarding the quality of fish oil under frozen storage conditions, as evidenced by the Pearson correlation values for DHA and EPA (0.98), and the root mean squared error (RMSE) values for DHA calibration (0.08) and EPA calibration (0.02), with validation RMSE for DHA (0.12) and EPA (0.04).

Keywords: chemometrics; functional food; omega-3; supply chain; *Thunnus albacares*

PENDAHULUAN

Variasi kadar lipid pada berbagai bagian tubuh tuna berada pada rentang antara $3,9 \pm 0,2$ % hingga $36,3 \pm 1,1$ %, dengan konsentrasi lipid yang tinggi ditemukan pada bagian kepala dibandingkan ekor (Ahmed et al., 2017). Ferdosh et al. (2015) dan Zhang et al. (2019) mengungkapkan lipid pada kepala tuna didominasi asam lemak tidak jenuh ganda *docosahexaenoic acid* (DHA) yang memiliki kisaran

17,0–19,9%, bahkan melebihi kadar yang terdapat pada salmon dan karper. Renuka et al. (2017) mencatat bahwa deposit utama DHA pada kepala tuna terdapat pada mata yang mencapai 36,72%, sementara *eicosapentaenoic acid* (EPA) hanya 7,07%. Jeong et al. (2016) juga melaporkan tingginya kandungan DHA sebesar 25,34% pada minyak ikan yang berasal dari mata cakalang (*Katsuwonus pelamis*).

Permintaan akan suplemen minyak ikan kaya DHA terus meningkat seiring dengan kesadaran akan kecerdasan dan kesehatan serta didasarkan pada anggapan akan kemampuan manusia yang hanya dapat menghasilkan DHA pada kisaran antara 0,5 hingga 9% (Oliver et al., 2020). Trilaksana et al. (2021) menyajikan potensi produksi minyak ikan dari mata tuna kaya DHA melalui ekstraksi suhu rendah dan hidrolisis enzimatis, yang menghasilkan rendemen $11,24 \pm 0,09\%$, dengan kandungan EPA 6,02% dan DHA sebesar 30,30%. Lebih lanjut Zhang et al. (2021) menyampaikan bahwa produksi minyak ikan berkualitas tinggi yang kaya akan DHA memerlukan bahan baku tuna yang segar serta metode ekstraksi yang sesuai. Pudtikajorn dan Benjakul (2020) menyoroti bahwa mata tuna masih dianggap sebagai limbah dari kepala tuna dan belum mendapatkan penanganan serta penyimpanan yang memadai, terlebih dengan ketersediaan tuna yang masih tergantung musim. Chakma et al., (2022) dan Bu et al., (2022) menyampaikan bahwa meskipun dampak penyimpanan beku terhadap mutu tuna banyak dilakukan, namun informasi korelasinya terhadap mutu lipid dan asam lemak mata tuna masih sangat minim.

Xu et al. (2015) menyampaikan bahwa penentuan kandungan minyak ikan masih banyak mengandalkan metode klasik seperti gravimetri (*soxhlet extraction*), yang tidak praktis dan membutuhkan waktu relatif lama serta jumlah sampel yang besar. Pengukuran oksidasi minyak ikan juga tidak praktis, umumnya menggunakan bilangan peroksida atau dengan metode spektrofotometri kompleks malondialdehyde-thiobarbituric acid (MDA-TBA). Analisis komposisi asam lemak menggunakan kromatografi gas, ternyata juga memerlukan persiapan yang lama. Rohman et al. (2021) mencatat bahwa seiring kemajuan teknologi terdapatnya praktik pemalsuan minyak ikan yang kaya omega-3 dengan minyak tumbuhan, berbagai metode baru seperti *FTIR spectroscopy*, *Raman spectroscopy*, dan *Nuclear Magnetic Resonance* telah diusulkan, namun masih dihadapkan pada biaya yang tinggi dan belum praktis. Afseth et al. (2022) menyampaikan *Near-infrared spectroscopy* (NIRS) banyak dimanfaatkan dalam industri minyak pangan untuk mengontrol kualitas dan memantau proses, serta memungkinkan pengurangan sampel dan biaya.

Karunathilaka et al. (2019) dan Santos et al. (2020) menyampaikan aplikasi NIRS dalam menganalisis suplemen omega-3 marine oil dan kandungan omega-3 dan omega-6 pada fillet ikan. Selanjutnya Hespanhol et al. (2020) menyampaikan bahwa teknologi NIRS genggam memiliki potensi untuk menganalisis minyak ikan, namun penggunaannya masih terbatas. Seiring kemajuan teknologi, integrasi NIRS genggam dengan perangkat seluler menjadi potensi yang menarik. Oleh karena itu, penelitian ini bertujuan untuk menentukan mutu (bilangan asam, bilangan peroksida) dan kandungan asam lemak omega-3 minyak ikan dari mata tuna dengan kondisi penyimpanan beku menggunakan NIRS genggam.

METODE

Alat dan Bahan

Peralatan meliputi *near-infrared (NIR) portable SCIO™* (model CPSC006), *software* The Unscrambler X 10.4 (Camo Analytics, Oslo, Norway), Gas Chromatography (GC) tipe Shimadzu GC 2010 Plus, penggiling (*frozen meat grinder*) berkekuatan 7,5 kW, *sentrifuge* Himac seri CR 21G (Eppendorf Himac Technologies Co., Ltd., Japan), *Chromameters measuring head* (model CR-410 Head), *freezer* besar dengan kapasitas 725L (model AQF-725), kamera Canon PowerShot SX60 HS, *score sheet* sensori ikan beku sesuai SNI 4110:2014.

Mata tuna yang digunakan berasal dari industri pengolahan tuna loin beku di Makassar, Sulawesi Selatan, khususnya dari jenis Madidihang atau Yellowfin Tuna (*Thunnus albacares*). Mata tuna diterima dalam kondisi beku setelah dikumpulkan selama 1 bulan dari produksi tuna loin dan disimpan dalam *cold storage*. Pengangkutan menggunakan pesawat dalam waktu 1 hari, kemudian langsung disimpan pada *freezer* besar kapasitas 725 L dengan suhu -20°C . Kemasan bahan baku mata tuna terdiri dari plastik nylon PE dan kardus. Sebanyak 320 buah mata tuna digunakan sebagai sampel, yang merupakan bahan baku untuk produksi minyak ikan. Terdapat perbedaan kondisi penyimpanan beku, yaitu 6 bulan

(160 buah mata tuna) dan 12 bulan (160 buah mata tuna). Perlu dicatat bahwa pengaturan selama penyimpanan di *freezer* besar kurang optimal.

Bahan kimia dibutuhkan untuk pengujian, antara lain, etanol absolut, asam asetat glasial (CH_3COOH), kloroform (CHCl_3) Merck (Darmstadt, Germany), ribitol, natrium sulfat (Na_2SO_3) 0,1 N, KOH 0,1 N Merck (Darmstadt, Germany), kalium iodida (KI) jenuh, larutan pati 1%, dan campuran standar *fatty acid methyl ester* (FAME) *Supelco 37 component fame mix*, S.A (Singapore).

Prosedur Kerja

1. Penentuan karakteristik fisik dan sensori mata tuna pada kondisi penyimpanan beku

Penelitian ini menggunakan sampel mata tuna beku dengan perbedaan kondisi penyimpanan 6 bulan dan 12 bulan. Total sampel sebanyak 80 mata tuna beku dianalisis untuk menentukan karakteristik fisik kenampakan visual dan morfometrik. Kenampakan mata tuna beku beserta bagian-bagian yang terdiri dari *sclera*, *pupil*, dan *vitreous humor* diamati menggunakan kamera, sedangkan pengukuran morfometrik melibatkan diameter dan berat dari mata tuna beku.

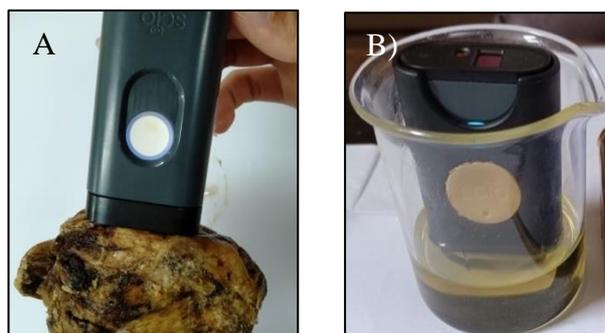
Sensori menggunakan metode uji skor (*scoring test*) yang mengacu SNI 4110:2014 tentang ikan beku dengan cakupan spesifikasi “dalam keadaan beku”. Parameter yang dinilai melibatkan lapisan es, pengeringan (dehidrasi), dan perubahan warna (diskolorisasi). Skala angka 1 (satu) hingga 7 (tujuh) digunakan sebagai nilai terendah hingga tertinggi (BSN, 2014). Penilaian dilakukan oleh panelis sensori non standar, yaitu panelis yang belum terlatih dalam melakukan penilaian dan pengujian organoleptik/sensori mata tuna beku. Jumlah panelis yang terlibat sebanyak 30 orang sesuai SNI 01-2346:2006 (BSN, 2006).

2. Ekstraksi dan penentuan karakteristik mutu dan asam lemak minyak ikan mata tuna (Trilaksani et al., 2021)

Ekstraksi diawali dengan pelumatan seluruh mata tuna beku menggunakan penggiling (*frozen meat grinder*) berkekuatan 7,5 kW, kemudian dilakukan sentrifugasi suhu 4 °C, dengan kecepatan 10.000 rpm selama 30 menit, sehingga terjadi pemisahan antara minyak dan padatan terlarut. Minyak ikan dipisahkan dari substrat menggunakan pipet dan disimpan ke dalam botol kaca yang dilapisi aluminium foil. Rendemen minyak ikan dihitung berdasarkan perbandingan berat minyak ikan dengan berat mata tuna, sedangkan warna dan kecerahan minyak ikan menggunakan *chromameter*. Karakteristik mutu minyak ikan mata tuna meliputi analisis asam lemak bebas (SNI 8392-1:2018) (BSN, 2018) dan bilangan peroksida (SNI 8392-2:2018) (BSN, 2018). Keragaan asam lemak menggunakan metode preparasi *methyl esters* dengan *boron trifluoride* (AOAC 2012:969.33) (AOAC, 2012).

3. Determinasi karakteristik mata tuna dan minyak ikan mata tuna pada kondisi penyimpanan beku dengan *near-infrared genggam* (Mardjan dan Indriyantoro, 2022).

Near-infrared (NIR) portable SCIO™ (model CPSC006) bekerja pada 740-1070 nm. Pemindaian dilakukan pada seluruh bagian mata tuna yang dibagi dalam 2 kelompok kondisi penyimpanan beku, yaitu 6 bulan dan 12 bulan, dengan jumlah total sampel pada masing-masing kondisi penyimpanan 80 sampel. Pemindaian sampel bahan baku mata tuna beku dilakukan dengan cara mendekatkan sensor pada jarak 1 cm dan dilakukan pemindaian pada 3 titik berbeda, sedangkan pemindaian untuk minyak ikan mata tuna dilakukan dengan pencelupan sensor yang juga dilakukan pada 3 pengukuran berbeda (Gambar 1).



Gambar 1 Teknik pemindaian menggunakan *near-infrared genggam*. A) mata tuna beku dengan jarak pengambilan 1 cm, B) minyak ikan mata tuna dengan cara pencelupan.

4. Pengembangan model kalibrasi dan validasi dengan *partial least square* (PLS) (Widyaningrum et al., 2022).

Model dibangun dengan kategori yang meliputi sensori kenampakan, warna, DHA dan EPA. Spektrum digambarkan garis X, sedangkan garis Y menggambarkan data pengujian kimia. Model PLS digunakan untuk mendapatkan korelasi dengan parameter koefisien korelasi (r) dan *Root Mean Squared Error* (RMSE) dari spektrum *near-infrared* genggam dan referensi kimia. Keempat model PLS dibuat menggunakan bantuan *software* The Unscrambler X 10.4, dengan jumlah sampel keseluruhan 160 sampel dan masing-masing kondisi penyimpanan 80 sampel. Sampel yang digunakan untuk kalibrasi adalah 2/3 dari keseluruhan sampel mata tuna beku yaitu 54 sampel dan sampel mata tuna beku untuk validasi adalah 1/3 dari keseluruhan sampel mata tuna beku atau 26 sampel. Metode validasi yang digunakan berupa validasi silang (*cross-validation*). Kalibrasi dilakukan untuk mengetahui hubungan antara mutu minyak ikan dengan spektrum *near-infrared* genggam. Validasi dilakukan untuk menguji ketepatan pengukuran mutu minyak ikan dengan persamaan regresi kalibrasi Korelasi (r) near infrared dengan parameter fisik mata tuna beku dan kimiawi minyak ikan mata tuna disajikan dalam persamaan:

$$r = \frac{n \sum xy - (\sum x)(\sum y)}{\sqrt{\{n \sum x^2 - (\sum x)^2\} \{n \sum y^2 - (\sum y)^2\}}}$$

Keterangan :

- n = Banyaknya Pasangan data X dan Y
- $\sum x$ = Total Jumlah dari Variabel X
- $\sum y$ = Total Jumlah dari Variabel Y
- $\sum x^2$ = Kuadrat dari Total Jumlah Variabel X
- $\sum y^2$ = Kuadrat dari Total Jumlah Variabel Y
- $\sum xy$ = Hasil Perkalian dari Total Jumlah Variabel X dan Variabel Y

HASIL DAN PEMBAHASAN

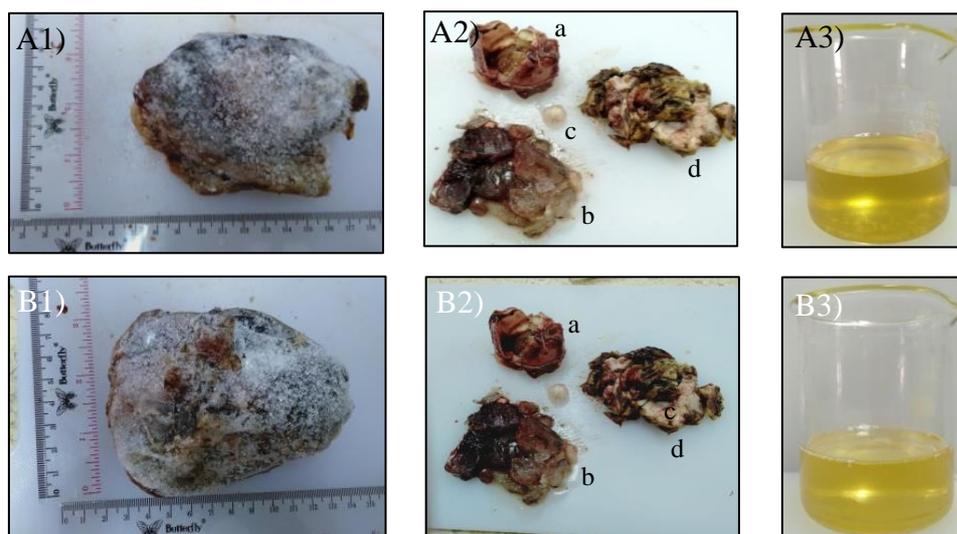
Karakteristik Fisik dan Sensori Mata Tuna pada Kondisi Penyimpanan Beku

Kenampakan visual mata tuna dari kondisi penyimpanan beku terlihat bahwa keseluruhan mata masih dilapisi es dan cairan bagian *vitreous humor* masih membeku. Berdasarkan hasil pengukuran pada 80 sampel mata tuna tercatat bahwa diameter mata tuna yang digunakan memiliki rata-rata $8,50 \pm 1,06$ cm (kondisi penyimpanan selama 6 bulan) dan $7,76 \pm 1,52$ cm (kondisi penyimpanan selama 12 bulan). Bagian otot mata tuna memiliki bobot rata-rata $59,22 \pm 1,51$ g (kondisi penyimpanan beku 6 bulan) dan $66,39 \pm 0,16$ g (kondisi penyimpanan beku 12 bulan), sedangkan bagian lain, seperti *sclera*, *pupil*, dan *vitreous humor* memiliki bobot rata-rata $67,60 \pm 0,19$ g (kondisi penyimpanan beku 6 bulan) dan $93,39 \pm 0,23$ g (kondisi penyimpanan beku 12 bulan).

Berdasarkan ukuran diameter mata tuna terlihat adanya perubahan, yang mengindikasikan bahwa kondisi penyimpanan beku dapat mengakibatkan kerusakan fisik terhadap mata tuna. Perubahan proporsi masing-masing bagian mata tuna terlihat lebih jelas sehingga diindikasikan kondisi penyimpanan beku dapat mempengaruhi mutu minyak ikan. Dugaan terhadap perubahan mata tuna pada kondisi penyimpanan beku ini mungkin disebabkan oleh pembentukan kristal es yang mempengaruhi struktur jaringan mata tuna, sejalan dengan temuan Duarte et al., (2020) yang menyatakan bahwa pembentukan kristal es dapat menyebabkan ekspansi dan kontraksi yang berujung pada perubahan struktur jaringan. Nakazawa & Okazaki (2020) menambahkan bahwa kehadiran oksidasi lipid dapat menyebabkan perubahan kimia yang berdampak pada perubahan struktural. Gambar 2 memperlihatkan variasi kenampakan visual mata tuna dan proporsi mata tuna pada kondisi penyimpanan beku sebagai ilustrasi.

Penilaian sensori terhadap mata tuna beku dari kondisi penyimpanan beku 6 bulan menunjukkan skor rata-rata sebesar 5. Spesifikasi untuk nilai skor 5 adalah lapisan es yang tidak rata dengan hanya menutupi kurang lebih 50% dari keseluruhan permukaan mata tuna beku, sebagian besar mata tuna beku mengalami pengeringan sekitar 60%-70%, sementara perubahan warna (diskolorisasi) menunjukkan hampir menyeluruh sekitar 60%-70%. Sementara itu, penilaian sensori terhadap mata tuna beku dari kondisi penyimpanan beku 12 bulan menunjukkan skor rata-rata 7. Spesifikasi untuk nilai skor 7 adalah lapisan es tidak rata dengan bagian yang terbuka sebanyak 20%-30%, adanya pengeringan yang mulai

jelas pada permukaan produk sekitar 20%-30%, serta adanya perubahan warna yang agak banyak pada permukaan produk sekitar 20%-30%. Berdasarkan penilaian sensori, penyimpanan beku dapat mengindikasikan mata tuna beku menjadi kurang baik, karena sebagian besar mata tuna beku mengalami pengeringan dan perubahan warna (diskolorisasi), sehingga berpotensi pada mutu minyak ikan. Sohn & Ohshima (2010) menunjukkan bahwa dehidrasi selama penyimpanan pembekuan menyebabkan pembentukan bintik-bintik kering dan perubahan warna, lebih lanjut disampaikan bahwa pembekuan dapat mempengaruhi oksidasi lipid, sehingga menyebabkan penurunan kualitas daging pada cakalang dengan peningkatan kandungan metmioglobin yang disertai penggelapan warna daging. Implikasi pada proses produksi adalah kondisi dan penanganan selama penyimpanan perlu ditingkatkan, misalnya mencakup tindakan melakukan *glazing* sebelum penyimpanan beku, melakukan pengemasan yang baik, dan upaya untuk meminimalisasi fluktuasi suhu selama penanganan atau bongkar muat.



Gambar 2 Kenampakan visual mata tuna utuh dan proporsi bagian mata tuna serta minyak ikan mata tuna yang dihasilkan. Kenampakan visual mata tuna utuh (A1 : 6 bulan, B1 : 12 bulan), Proporsi bagian mata (A2 : 6 bulan, B2 : 12 bulan), a) *vitreous humor*, b) sklera, c) pupil, d) otot mata tuna., serta Minyak ikan dari ekstraksi mata tuna (A3 : 6 bulan, B3 : 12 bulan)

Ekstraksi dan Karakteristik Mutu dan Asam Lemak Minyak Ikan Mata Tuna

1. Rendemen

Rendemen minyak ikan yang diperoleh dari mata tuna pada kondisi penyimpanan beku 12 bulan adalah $6,91 \pm 0,01\%$, sedangkan dari mata tuna pada kondisi penyimpanan beku 6 bulan adalah $5,39 \pm 0,21\%$. Mengacu Trilaksani et al. (2021) prinsip ekstraksi minyak ikan dari mata tuna yang digunakan adalah pengecilan ukuran diikuti dengan sentrifugasi dingin, sehingga memungkinkan minyak terpisahkan dengan komponen daging serta fase cair lainnya. Menurut Dordevic et al. (2023), hasil sentrifugasi mata tuna menghasilkan empat lapisan yang berbeda berdasarkan bobot molekul, yaitu sebagai *oil layer*, *light-lipid protein*, *aqueous protein hydrolysis*, dan *sludge and heavy lipid protein* yang mengandung sisa jaringan ikan. Zhu et al. (2019) menunjukkan bahwa penyimpanan beku dapat mengakibatkan perubahan dalam struktur otot ikan karena terbentuknya kristal es. Laju pembekuan yang lambat dapat menyebabkan pembentukan kristal es ekstraseluler yang besar, sehingga mengakibatkan kerusakan pada membran sel. Lebih lanjut Nakazawa dan Okazaki (2020) menyampaikan bahwa suhu penyimpanan juga merupakan faktor kritis yang mempengaruhi jumlah air yang tidak beku dan tetap tersedia secara kimia. Suhu penyimpanan dapat berdampak pada rendemen melalui proses denaturasi protein, oksidasi atau hidrolisis lipid. Ramalhosa et al. (2012) menyoroti peran air dalam jaringan sebagai komponen penting pembawa dalam sistem ekstraksi fase tunggal.

2. Warna

Karakteristik warna minyak ikan dari kondisi penyimpanan beku mata tuna 6 bulan adalah : L^* (kecerahan) sebesar $15,34 \pm 9,92$; a^* (warna merah-hijau) sebesar $-1,64 \pm 0,81$; b^* (warna kuning-biru) sebesar $7,32 \pm 5,84$; Hue (tonasi warna) sebesar $55,50 \pm 3,51$; dan Saturasi sebesar $17,50 \pm 5,09$.

Sementara pada kondisi penyimpanan beku 12 bulan, karakteristik warna minyak ikan adalah: L^* sebesar $6,74 \pm 2,73$; a^* sebesar $-0,76 \pm 0,65$; b^* sebesar $3,12 \pm 1,77$; Hue sebesar $53,00 \pm 6,13$; dan Saturasi sebesar $18,83 \pm 11,09$. Berdasarkan karakteristik warna menunjukkan terjadi perubahan pada minyak ikan pada kondisi penyimpanan beku. Penyimpanan 6 bulan, minyak ikan memiliki nilai L^* , a^* , dan b^* yang menandakan kecerahan dan warna yang lebih intens, demikian pula Hue juga menunjukkan tonasi warna yang tinggi. Adapun kondisi penyimpanan beku 12 bulan, nilai L^* , a^* , dan b^* mengindikasikan kecerahan dan intensitas warna yang kurang, demikian pula dengan Hue yang menandakan perubahan tonasi warna ke arah yang lebih netral. Saturasi menunjukkan adanya perubahan pada kompleksitas warna. Perubahan karakteristik warna (diskolorisasi) minyak ikan ini dapat dikaitkan akibat pembentukan kristal es, denaturasi protein, dan oksidasi lipid. Kazao (2019) mengemukakan bahwa aktivitas enzimatik atau reaksi oksidasi dapat menyebabkan diskolorasi. Minyak ikan kualitas tinggi umumnya bening transparan, kondisi penyimpanan dapat menyebabkan keberadaan antioksidan alami akan hilang.

3. Asam lemak bebas

Asam lemak bebas minyak ikan mata tuna dengan kondisi penyimpanan beku 6 bulan adalah $8,39 \pm 3,47$ % dan kondisi penyimpanan beku 12 bulan adalah $3,43 \pm 0,69$ %. Peningkatan asam lemak bebas yang terjadi pada kondisi penyimpanan beku diduga kandungan air pada mata tuna atau rusaknya integritas jaringan yang terdapat pada mata tuna oleh aktivitas enzim. Tenyang et al., (2019), asam lemak bebas merupakan produk hidrolisis ikatan ester dari lipid, keberadaan enzim yang terdapat alami pada mata tuna tetap aktif selama penyimpanan beku dari mata tuna. Aktivitas enzim ini dapat menyebabkan hidrolisis trigliserida (komponen utama minyak ikan) menjadi asam lemak bebas dan gliserol, sehingga kandungan asam lemak bebas dalam minyak ikan meningkat. Lipolisis fraksi triasilgliserol dan fosfolipid telah terbukti terjadi selama penyimpanan beku pada sistem makanan yang tidak dipanaskan, selain itu kemungkinan enzim ikan yang masih aktif pada suhu di bawah -20 °C. Nilai ini menunjukkan kondisi penyimpanan cukup baik, namun penanganan dapat meningkatkan fluktuasi suhu. Nilai asam lemak bebas minyak ikan umumnya berkisar 1,3 - 7 %. Šimat et al. (2020) mendapatkan nilai asam lemak bebas $1,0 \pm 0,1$ % untuk tuna *by-product* dan $1,83 \pm 0,02$ % untuk tuna *liver oil*. de Oliveira et al. (2016) menggunakan kepala tuna (*Thunnus albacares*) mendapatkan nilai asam lemak bebas $1,96 \pm 0,7$ % dalam bentuk asam oleat untuk *crude oil* dan $0,30 \pm 0,1$ % dalam bentuk asam oleat untuk *refined oil*.

4. Bilangan peroksida (PV)

Bilangan peroksida minyak ikan mata tuna pada kondisi penyimpanan beku 6 bulan adalah $180,3 \pm 13,31$ mEq O_2 /kg dan kondisi penyimpanan beku 12 bulan adalah $149,9 \pm 30,59$ mEq O_2 /kg. Standar Codex Alimentarius Commission (2017) untuk minyak ikan menetapkan bahwa bilangan peroksida tidak melebihi 5 mEq O_2 /kg. Šimat et al. (2020) melaporkan bahwa bilangan peroksida pada produk sampingan tuna adalah 2 ± 1 mEq O_2 /kg dan pada minyak hati tuna adalah 3 ± 1 mEq O_2 /kg, sementara De Oliveira et al. (2016) mencatat bahwa bilangan peroksida untuk minyak kasar adalah $5,14 \pm 0,03$ mEq O_2 /kg dan sedangkan untuk minyak yang sudah dimurnikan adalah $7,77 \pm 0,05$ mEq O_2 /kg dari kepala tuna *Thunnus albacares*.

Oksidasi lipid merupakan proses kompleks yang dipicu oleh inisiasi bersamaan dengan oksigen. Peningkatan jumlah bilangan peroksida pada penyimpanan beku diduga disebabkan dari pembentukan hidroperoksida yang semakin tinggi akibat autooksidasi, serta faktor-faktor lain seperti perubahan suhu atau paparan cahaya selama bongkar muat, selain karakteristiknya yang didominasi asam lemak tak jenuh ganda rantai sangat panjang, yaitu 20 atom karbon atau lebih dengan tiga atau lebih ikatan rangkap. Meskipun bilangan peroksida pada minyak mentah berkisar antara 3 hingga 20 meq O_2 /kg lipid (Gokhan et al., 2006), nilai yang diperoleh jauh melebihi batas standar yang dapat diterima, yaitu 7–8 meq O_2 /kg lipid (Šimat et al. 2020). Implikasinya adalah bahwa mutu minyak ikan mata tuna dalam kondisi penyimpanan beku perlu mendapat perhatian lebih lanjut. Upaya perbaikan termasuk peningkatan kontrol suhu selama penyimpanan, pengemasan yang lebih efektif, dan tindakan lain untuk mengurangi faktor-faktor yang memicu oksidasi lipid.

5. Keragaan asam lemak minyak ikan mata tuna

Keragaan asam lemak pada minyak ikan mata tuna memperlihatkan bahwa DHA memiliki nilai tertinggi. Kandungan DHA pada kondisi penyimpanan beku 6 bulan adalah $26,16 \pm 1,30$ %, sedangkan pada kondisi penyimpanan beku 12 bulan adalah $25,49 \pm 0,03$ %. Sebaliknya, kandungan EPA relatif rendah, hanya $8,02 \pm 0,41$ % pada minyak ikan mata tuna dengan kondisi penyimpanan beku 6 bulan dan $7,81 \pm 0,02$ % pada kondisi penyimpanan beku 12 bulan (Tabel 1). Renuka et al. (2017) mencatat bahwa

kandungan DHA cenderung lebih tinggi pada mata tuna, berkisar 25-30 %. Ferdosh et al. (2014) juga melaporkan bahwa kandungan DHA cenderung lebih tinggi dibandingkan EPA dari total asam lemak pada bagian mata dibandingkan semua deposit pada tubuh ikan (jeroan, kepala, dan kulit). Chantachum et al. (2000) mengemukakan bahwa minyak ikan yang diekstrak dari bagian kepala memiliki kandungan DHA (18,8–25,5%) dan EPA (0,1%). Berbagai penelitian tersebut mendukung konsistensi nilai tinggi DHA pada minyak ikan mata tuna. Kandungan lipid tak jenuh yang tinggi membuat minyak ikan dari mata tuna sangat rentan terhadap perubahan mutu akibat oksidasi (Zhang et al., 2019). Pada penyimpanan beku, fraksi PUFA menunjukkan perubahan, yang diduga berperan sebagai substrat untuk memulai peroksidasi lipid, yang memungkinkan pelepasan proton dan menghasilkan radikal bebas (Nogueira et al., 2019).

Tabel 1 Keragaan asam lemak minyak ikan mata tuna pada kondisi penyimpanan beku 6 bulan dan 12 bulan

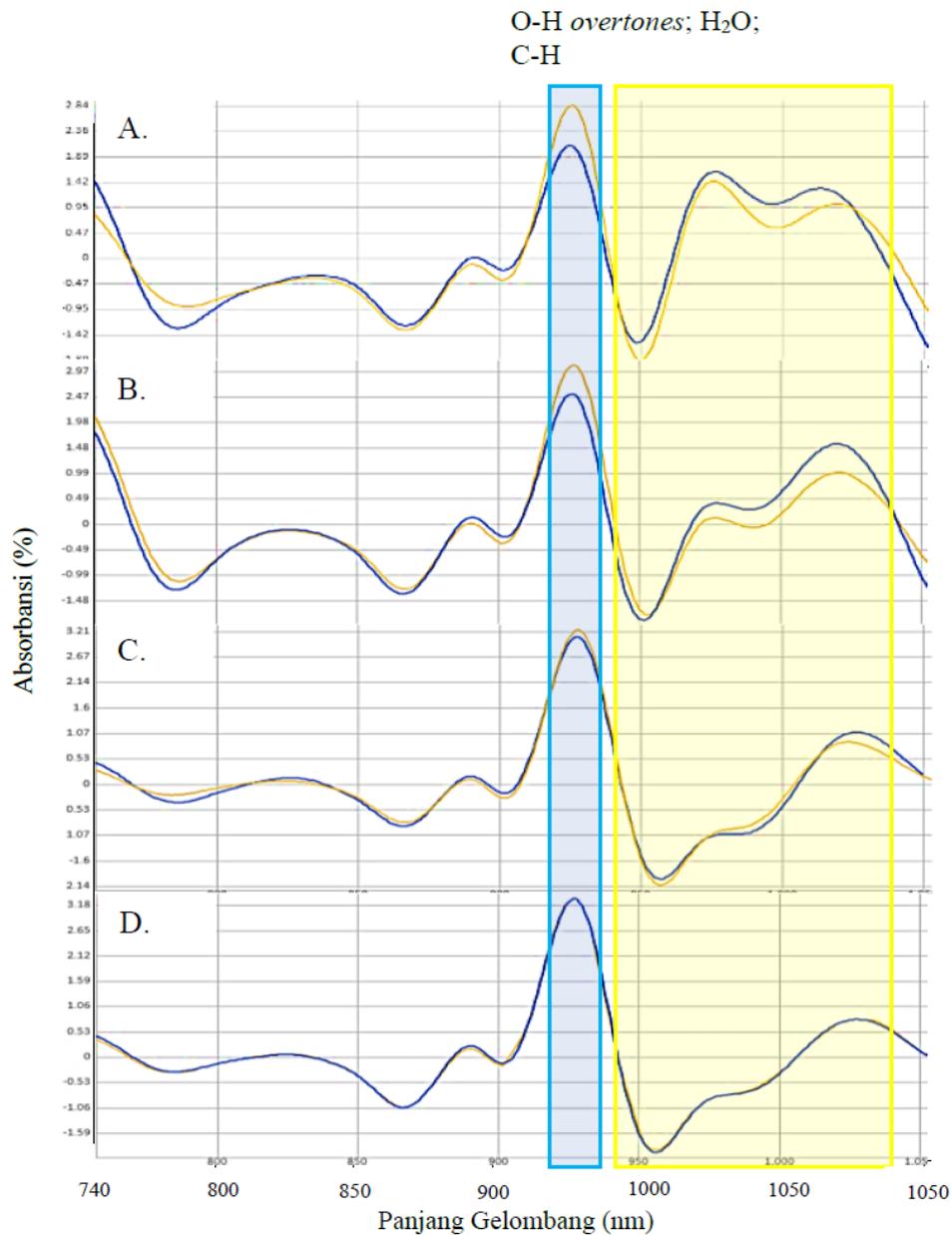
Komposisi asam lemak	% dari total asam lemak	
	Penyimpanan beku 6 bulan	Penyimpanan beku 12 bulan
Asam Butirat C4:0	0,39 ± 0,01	0,37 ± 0,01
Asam Miristat C14:0	0,90 ± 1,21	1,75 ± 0,14
Asam Miristoleat C14:1	0,04 ± 0	0,04 ± 0
Asam Pentadekanoat C15:0	0,59 ± 0,06	0,59 ± 0
Asam Palmitat C16:0	13,23 ± 2,37	13,15 ± 0,65
Asam Palmitoleat C16:1	5,04 ± 0,59	5,04 ± 0,97
Asam Heptadekanoat C17:0	0,73 ± 0,11	0,73 ± 0,04
Asam Heptadekanoat C17:1	0,45 ± 0,42	0,75 ± 0,06
Asam Stearat C18:0	3,07 ± 0,53	3,01 ± 0,31
Asam Elaidat C18:1n9t	0,10 ± 0,01	0,10 ± 0
Asam Oleat C18:1n9	10,41 ± 1,00	10,41 ± 1,80
Asam Linoleat C18:2n6c	0,88 ± 0,16	0,88 ± 0,08
Asam Arakidat C20:0	0,27 ± 0,03	0,26 ± 0,04
Asam Linolenat C18:3n3	0,45 ± 0,13	0,48 ± 0,03
Asam Eikosanoat C20:1	0,79 ± 0,06	0,82 ± 0,05
Asam Heneikosanoat C21:0	0,05 ± 0,01	0,05 ± 0
Asam Eikosedienoat C20:2	0,22 ± 0,02	0,22 ± 0
Asam Behenat C22:0	0,17 ± 0,03	0,17 ± 0,01
Asam Eikosatrienoat C20:3n6	0,10 ± 0	0,10 ± 0
Ester Metil asam Erusat C22:1n9	0,19 ± 0,06	0,19 ± 0,04
Metil Ester Asam Eikosatrienoat C20:3n3	0,02 ± 0	0,02 ± 0
Asam Arakidonat C20:4n6	1,93 ± 0,11	1,93 ± 0,27
Asam Trikosanoat C23:0	0,08 ± 0,01	0,08 ± 0,01
Asam Lignoserat C24:0	0,17 ± 0,01	0,16 ± 0,01
Asam Nervonoat C24:1	0,51 ± 0,01	0,51 ± 0,06
EPA C20:5n3	8,02 ± 0,41	7,81 ± 0,02
DHA C22:6n3	26,16 ± 1,30	25,49 ± 0,03
Total Asam Lemak	75,87 ± 1,98	75,18 ± 3,37

Karakteristik Mata Tuna dan Minyak Ikan Mata Tuna Kondisi Penyimpanan Beku dengan *Near-Infrared* Genggam

Kecenderungan umum serapan pada spektrum NIR sangat bervariasi tergantung pada komposisi sampel. Rentang panjang gelombang 700-900 nm menunjukkan bahwa serapan yang mungkin terjadi adalah peregangan C-H, khususnya pada kisaran 700-750 nm. Selain itu, terdapat serapan O-H (hidroksil) yang terletak sekitar 900-1000 nm, terkait dengan ikatan hidrogen pada molekul air (H₂O) dan senyawa hidroksil (OH), seperti alkohol dan fenol. Serapan lain melibatkan serapan C-H (karbon-hidrogen) pada sekitar 900-1100 nm, disebabkan oleh ikatan karbon-hidrogen pada senyawa organik,

termasuk alkana, alkohol, dan asam lemak. Selanjutnya, serapan C=O (karbon-oksigen) terletak sekitar 1000-1100 nm, dipicu oleh ikatan karbon-oksigen pada senyawa seperti keton, aldehida, ester, dan asam karboksilat (Cascant et al., 2018).

Berdasarkan sampel mata tuna dan minyak ikan mata tuna pada kondisi penyimpanan beku selama 6 dan 12 bulan, terlihat puncak serapan pada panjang gelombang 830, 890, 930, 970, dan 1030 nm. Puncak serapan tertinggi diamati pada panjang gelombang 930 nm, yang diduga merupakan adanya serapan tambahan O-H dan air (H₂O), atau serapan C-H (karbon-hidrogen) (Gambar 3). Spektrum pada sampel minyak ikan mata tuna juga menunjukkan adanya pergeseran pada panjang gelombang 1000 nm, menandakan serapan C=O (karbon-oksigen) yang biasanya terletak sekitar 1000-1100 nm. Serapan ini diperkirakan disebabkan oleh ikatan karbon-oksigen pada senyawa seperti keton, aldehida, ester, dan asam karboksilat (Gambar 3C dan 3D). Serapan C=C, yang menandakan asam lemak rantai panjang, tidak teramati dalam jangkauan panjang gelombang dari *near-infrared* genggam yang digunakan.

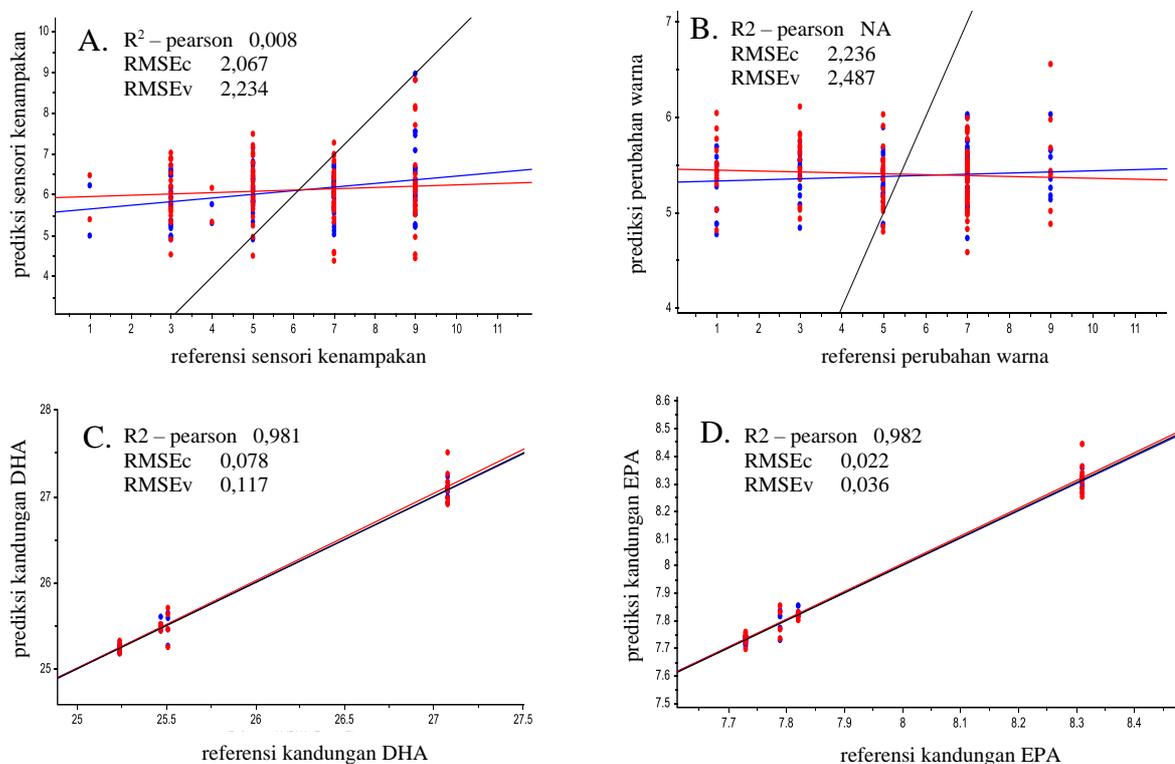


Gambar 3 Spektrum *near-infrared* genggam sampel mata tuna dan minyak ikan mata tuna pada kondisi penyimpanan beku 6 bulan dan 12 bulan. A) mata tuna kondisi penyimpanan beku 6 bulan, B) mata tuna kondisi penyimpanan beku 12 bulan, C) minyak ikan mata tuna kondisi penyimpanan beku 6 bulan, dan D) minyak ikan mata tuna kondisi penyimpanan beku 12 bulan

Model Kalibrasi dan Validasi dengan PLS

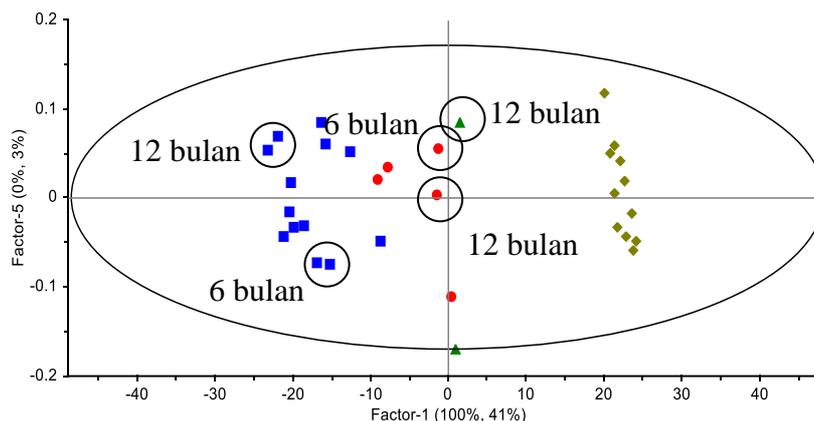
Nilai korelasi R^2 -Pearson sensori kenampakan dan perubahan warna dengan spektrum *near infrared* genggam adalah 0,008 dan tidak ada korelasi. Nilai korelasi R^2 -Pearson variabel DHA, EPA, dengan spektrum *near infrared* genggam berturut-turut adalah 0,981 dan 0,982, yang menunjukkan korelasi atau keterkaitan yang kuat (Gambar 4). Gambaran korelasi ini terlihat dari grafik, yang menerangkan bahwa garis hitam diartikan sebagai garis optimal. Semakin dekat jarak garis korelasi (biru) dan validasi (merah) dengan garis normal, semakin bagus model PLS yang dihasilkan. Jarak garis kalibrasi dan validasi parameter kenampakan dan perubahan warna dengan garis optimal cukup jauh, menggambarkan hubungan yang sangat lemah. Berbeda dengan sensori yang dinilai secara subjektif, garis kalibrasi dan validasi kimia DHA dan EPA dengan garis normal terlihat berdekatan, yang menandakan spektrum *near infrared* genggam berkemampuan mendeteksi keberadaan rantai gugus fungsi kimia dengan baik.

Nilai *root mean square error-RMSE* yang merupakan analisis galat total untuk *R-square* (R^2) memperlihatkan kalibrasi pada model DHA adalah 0,078, dan EPA adalah 0,022, sedangkan RMSE validasi DHA adalah 0,117, EPA adalah 0,036. Besaran nilai yang hampir mendekati 0 menandakan bahwa terdapat galat yang kecil pada model PLS yang tercipta. Adapun nilai RMSE sensori kenampakan cukup besar, yaitu 2,067 dan perubahan warna 2,236, sedangkan model validasi kenampakan 2,234 dan perubahan warna 2,487. Terlihat garis kalibrasi dan validasi yang terletak jauh dari garis normal.



Gambar 4 Model kalibrasi dan validasi PLS, keterkaitan antara prediksi *near-infrared* genggam dengan referensi A). sensori kenampakan, B). perubahan warna, C). kandungan DHA, D). kandungan EPA minyak ikan mata tuna.

Grafik visualisasi sebaran titik PLS menunjukkan keberadaan berbagai kategori yang tersebar pada seluruh kuadran. Kedekatan lokasi titik menandakan adanya korelasi yang kuat. Posisi titik yang berseberangan dengan garis kuadran menunjukkan korelasi yang lemah. Tampilan DHA dan EPA yang berada pada satu titik diduga keduanya merupakan asam lemak omega-3, sehingga spektrum *near-infrared* genggam sulit membedakan dua komponen tersebut (Gambar 5).



Gambar 5 Grafik sebaran titik dan tingkat keterkaitan puncak panjang gelombang pada spektrum *near-infrared* genggam dengan mutu minyak ikan mata tuna kondisi penyimpanan beku 6 bulan (titik merah dan biru) dan penyimpanan beku 12 bulan (titik merah, dan hijau), variabel DHA dan EPA minyak ikan mata tuna.

SIMPULAN

Mutu dan kandungan asam lemak minyak ikan sangat dipengaruhi kondisi penyimpanan beku mata tuna. Kandungan asam lemak bebas dan bilangan peroksida minyak ikan pada penyimpanan bahan baku mata tuna 6 bulan adalah $8,39 \pm 3,47$ % dan $180,3 \pm 13,31$ mEq O₂/kg, sementara pada penyimpanan 12 bulan adalah $3,43 \pm 0,69$ % dan $149,9 \pm 30,59$ mEq O₂/kg. Kandungan DHA minyak ikan pada kondisi penyimpanan beku mata tuna tetap tinggi, yaitu $25,49 \pm 0,03$ % dan $26,16 \pm 1,30$ %. Pendugaan *near-infrared* genggam memberikan penilaian dan informasi relevan terhadap mutu minyak ikan dari kondisi penyimpanan beku mata tuna, sebagaimana ditunjukkan dengan nilai korelasi R²-Pearson DHA dan EPA, yaitu 0,98, serta nilai *root mean squared error*-RMSE untuk kalibrasi DHA adalah 0,08 dan EPA 0,02, sedangkan RMSE validasi DHA adalah 0,12 dan EPA 0,04.

DAFTAR PUSTAKA

- Afseth, N. K., Dankel, K., Andersen, P. V., Difford, G. F., Horn, S. S., Sonesson, A., Hillestad, B., Wold, J. P., & Tengstrand, E. (2022). Raman and near Infrared Spectroscopy for Quantification of Fatty Acids in Muscle Tissue—A Salmon Case Study. *Foods*, 11(7), 962. <https://doi.org/10.3390/foods11070962>.
- Ahmed, R., Haq, M., Cho, Y. J., & Chun, B. S. (2017). Quality evaluation of oil recovered from by-products of bigeye tuna using supercritical carbon dioxide extraction. *Turkish Journal of Fisheries and Aquatic Sciences*, 17(4), 663-672. https://doi.org/10.4194/1303-2712-v17_4_02
- [AOAC] Association of Official Analytical Chemist. (2012). Official Method of Analysis of Fatty Acids in Oils and Fats. Virginia (US): AOAC Inc.
- [BSN] Badan Standardisasi Nasional. (2006). SNI 2346-2006 tentang Petunjuk Pengujian dan atau Sensori. Jakarta (ID) : Badan Standardisasi Nasional.
- [BSN] Badan Standardisasi Nasional. (2014). SNI 4110-2014 tentang Ikan Beku. Jakarta (ID) : Badan Standardisasi Nasional.
- [BSN] Badan Standardisasi Nasional. (2018). SNI 8392.1-2018 tentang Penentuan Kadar Asam Lemak Bebas Dengan Metode Titrasi Alkalimetri. Jakarta (ID): Badan Standardisasi Nasional.
- [BSN] Badan Standardisasi Nasional. (2018). SNI 8392.2-2018 tentang Penentuan Bilangan Peroksida Pada Minyak Ikan Dengan Metode Titrasi Iodometri. Jakarta (ID): Badan Standardisasi Nasional.
- Bu, Y., Han, M., Tan, G., Zhu, W., Li, X., & Li, J. (2022). Changes in quality characteristics of southern bluefin tuna (*Thunnus maccoyii*) during refrigerated storage and their correlation with color stability. *LWT*, 154, 112715. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2021.112715>
- [CAC] Codex Alimentarius Commision. (2017). Standard for Fish Oils CODEX STAN 329-2017. Roma (IT): Food and Agriculture Organization of the United Nations.

- Cascant, M. M., Breil, C., Fabiano-Tixier, A. S., Chemat, F., Garrigues, S., & de La Guardia, M. (2018). Determination of fatty acids and lipid classes in salmon oil by near infrared spectroscopy. *Food chemistry*, 239, 865-871. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.06.158>
- Chakma, S., Rahman, M. A., Mali, S. K., Debnath, S., Hoque, M. S., & Siddik, M. A. (2022). Influence of frozen storage period on the biochemical, nutritional, and microbial quality of Skipjack tuna (*Katsuwonus pelamis*) collected from the Bay of Bengal coast of Bangladesh. *Food Chemistry Advances*, 1, 100139. <https://doi.org/10.1016/j.focha.2022.100139>
- Chantachum, S., Benjakul, S., & Sriwirat, N. (2000). Separation and quality of fish oil from precooked and non-precooked tuna heads. *Food chemistry*, 69(3), 289-294. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(99\)00266-6](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(99)00266-6)
- De Oliveira, D. A., Minozzo, M. G., Licodiedoff, S., & Waszczynskyj, N. (2016). Physicochemical and sensory characterization of refined and deodorized tuna (*Thunnus albacares*) by-product oil obtained by enzymatic hydrolysis. *Food Chemistry*, 207, 187-194. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.03.069>
- Dordevic, D., Gablo, N., Dordevic Janickova, S., & Tremlova, B. (2023). Effects of Centrifugation on the Oxidative Stability and Antioxidant Profile of Cold-Pressed Rapeseed Oil during Storage. *Processes*, 11(7), 2224. <https://doi.org/10.3390/pr11072224>
- Duarte, A. M., Silva, F., Pinto, F. R., Barroso, S., & Gil, M. M. (2020). Quality assessment of chilled and frozen fish-mini review. *Foods*, 9(12), 1739. <https://doi.org/10.3390/foods9121739>
- Ferdosh, S., Sarker, Z. I., Norulaini, N., Oliveira, A., Yunus, K., Chowdury, A. J., Akanda, J., & Omar, M. (2015). Quality of tuna fish oils extracted from processing the by-products of three species of neritic tuna using supercritical carbon dioxide. *Journal of Food Processing and Preservation*, 39(4), 432-441. <https://doi.org/10.1111/jfpp.12248>
- Gokhan, B., Hikmet, K., & Muhammet, B. (2006). Changes in the quality of fish oils due to storage temperature and time. *Food Chemistry*, 98, 663-698. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2005.06.041>
- Hespanhol, M. C., Souza, J. C., & Pasquini, C. (2020). Feasibility of a portable, low-cost near-infrared spectrophotometer for the quality screening of omega-3 dietary supplements. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 189, 113436. <https://doi.org/10.1016/j.jpba.2020.113436>
- Jeong, D. H., Kim, M. J., Kang, B. K., & Ahn, D. H. (2016). Skipjack tuna (*Katsuwonus pelamis*) eyeball oil exerts an anti-inflammatory effect by inhibiting NF- κ B and MAPK activation in LPS-induced RAW 264.7 cells and croton oil-treated mice. *International Immunopharmacology*, 40, 50-56. <https://doi.org/10.1016/j.intimp.2016.07.005>
- Karunathilaka, S. R., Choi, S. H., Mossoba, M. M., Yakes, B. J., Brückner, L., Ellsworth, Z., & Srigley, C. T. (2019). Rapid classification and quantification of marine oil omega-3 supplements using ATR-FTIR, FT-NIR and chemometrics. *Journal of Food Composition and Analysis*, 77, 9-19. <https://doi.org/10.1016/j.jfca.2018.12.009>
- Kazuo, M. (2019). Prevention of fish oil oxidation. *Journal of oleo science*, 68(1), 1-11. <https://doi.org/10.5650/jos.ess18144>
- Mardjan, S. S., & Indriyanto, J. (2022). Detection of Chilling Injury Symptoms of Salak Pondoh Fruit during Cold Storage with Near Infrared Spectroscopy (NIRS). *Jurnal Keteknikaan Pertanian*, 10(1), 69-76. <https://doi.org/10.19028/jtep.010.1.69-76>
- Nakazawa, N., & Okazaki, E. (2020). Recent research on factors influencing the quality of frozen seafood. *Fisheries Science*, 86, 231-244. <https://doi.org/10.1007/s12562-020-01402-8>
- Nogueira, M. S., Scolaro, B., Milne, G. L., & Castro, I. A. (2019). Oxidation products from omega-3 and omega-6 fatty acids during a simulated shelf life of edible oils. *Lwt*, 101, 113-122. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2018.11.044>
- Oliver, L., Dietrich, T., Marañón, I., Villarán, M. C., & Barrio, R. J. (2020). Producing omega-3 polyunsaturated fatty acids: A review of sustainable sources and future trends for the EPA and DHA market. *Resources*, 9(12), 148. <https://doi.org/10.3390/resources9120148>
- Pudtikajorn, K., & Benjakul, S. (2020). Simple wet rendering method for extraction of prime quality oil from skipjack tuna eyeballs. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 122(8), 2000077. <https://doi.org/10.1002/ejlt.202000077>
- Ramalhosa, M. J., Paíga, P., Morais, S., Alves, M. R., Delerue-Matos, C., & Oliveira, M. B. P. P. (2012). Lipid content of frozen fish: Comparison of different extraction methods and variability during

- freezing storage. *Food Chemistry*, 131(1), 328-336. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2011.07.123>
- Renuka, V., Zynudheen, A. A., Panda, S. K., & Ravishankar, C. N. R. (2017). Studies on chemical composition of yellowfin tuna (*Thunnus albacares*, Bonnaterre, 1788) eye. *Journal of food science and technology*, 54, 1742-1745. <https://doi.org/10.1007/s13197-017-2539-2>
- Rohman, A., Putri, A. R., Windarsih, A., Nisa, K., & Lestari, L. A. (2021). The employment of analytical techniques and chemometrics for authentication of fish oils: A review. *Food Control*, 124, 107864. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2021.107864>
- Santos, D. A. D., Coqueiro, A., Gonçalves, T. R., Carvalho, J. C., Bezerra Jr, J. S., Matsushita, M., de Oliveira, C. A. L., Março, P. H., Valderrama P., & Ribeiro, R. P. (2020). Omega-3 and omega-6 determination in Nile Tilapia's fillet based on MicroNIR spectroscopy and multivariate calibration. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, 31, 1883-1890. <https://doi.org/10.21577/0103-5053.20200082>
- Šimat, V., Vlahović, J., Soldo, B., Mekinić, I. G., Čagalj, M., Hamed, I., & Skroza, D. (2020). Production and characterization of crude oils from seafood processing by-products. *Food Bioscience*, 33, 100484. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2019.100484>
- Sohn, J. H., & Ohshima, T. (2010). Control of lipid oxidation and meat color deterioration in skipjack tuna muscle during ice storage. *Fisheries Science*, 76, 703-710. <https://doi.org/10.1007/s12562-010-0248-0>
- Tenyang, N., Tiencheu, B., Tonfack Djikeng, F., Morfor, A. T., & Womeni, H. M. (2019). Alteration of the lipid of red carp (*Cyprinus carpio*) during frozen storage. *Food science & nutrition*, 7(4), 1371-1378. <https://doi.org/10.1002/fsn3.971>
- Trilaksani, W., Riyanto, B., Nurhayati, T., Santoso, J., & Kurniawan, I. A. H. (2021). Integrasi sentrifugasi suhu rendah dengan optimasi ekstraksi enzimatis minyak mata tuna menggunakan response surface methodology. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 24(3), 395-406. <https://doi.org/10.17844/jphpi.v24i3.36652>
- Widyaningrum, W., Purwanto, Y. A., Widodo, S., & Iriani, E. S. (2022). Portable/Handheld NIR sebagai Teknologi Evaluasi Mutu Bahan Pertanian secara Non-Destruktif. *Jurnal Keteknik Pertanian*, 10(1), 59-68. <https://doi.org/10.19028/jtep.010.1.59-68>
- Xu, J. L., Riccioli, C., & Sun, D. W. (2015). An overview on nondestructive spectroscopic techniques for lipid and lipid oxidation analysis in fish and fish products. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 14(4), 466-477. <https://doi.org/10.1111/1541-4337.12138>
- Zhang, J., Tao, N., Zhao, Y., Wang, X., & Wang, M. (2019). Comparison of the fatty acid and triglyceride profiles of big eye tuna (*Thunnus obesus*), Atlantic salmon (*Salmo salar*) and bighead carp (*Aristichthys nobilis*) heads. *Molecules*, 24(21), 3983. <https://doi.org/10.3390/molecules24213983>
- Zhang, Y., Sun, Q., Liu, S., Wei, S., Xia, Q., Ji, H., Deng, C., & Hao, J. (2021). Extraction of fish oil from fish heads using ultra-high pressure pre-treatment prior to enzymatic hydrolysis. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 70, 102670. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2021.102670>
- Zhu, Z., Zhou, Q., & Sun, D. W. (2019). Measuring and controlling ice crystallization in frozen foods: A review of recent developments. *Trends in Food Science & Technology*, 90, 13-25. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2019.05.012>