

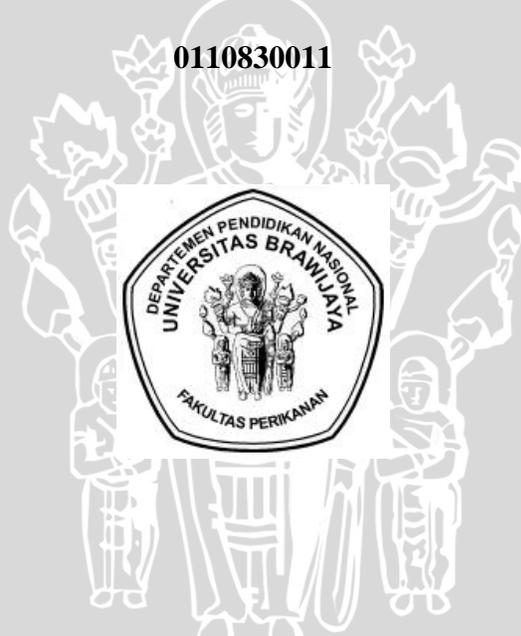
**STUDI KOMPARATIF KUALITAS MINYAK HATI HIU BOTOL
(*Centrophorus squamosus*) DAN PRODUK MIKROKAPSULNYA**

**LAPORAN HASIL PENELITIAN
TEKNOLOGI HASIL PERIKANAN**

Oleh:

DIAN MARIYANA

0110830011



UNIVERSITAS BRAWIJAYA

FAKULTAS PERIKANAN

MALANG

2007

**STUDI KOMPARATIF KUALITAS MINYAK HATI HIU BOTOL
(*Centrophorus squamosus*) DENGAN PRODUK MIKROKAPSULNYA**

**Laporan Skripsi Sebagai Salah Satu Syarat untuk Memperoleh Gelar Sarjana
Perikanan pada Fakultas Perikanan Universitas Brawijaya**

Oleh :

DIAN MARIYANA

0110830011

Dosen Penguji I

Ir. J.A SUMARDI, MS

Tanggal :

Dosen Penguji II

Ir. TITIK DWI S, MP

Tanggal :

**Menyetujui,
Dosen Pembimbing I**

Ir. BAMBANG BUDI SASMITO, MS

Tanggal :

Dosen Pembimbing II

Dr. Ir. HARDOKO, MS

Tanggal :

**Mengetahui,
Ketua Jurusan**

Ir. ABDUL QOID, MS

Tanggal :

RINGKASAN

DIAN MARIYANA (0110830011). Laporan Hasil Penelitian tentang Studi Komparatif Kualitas Minyak Hati Hiu Botol (*Centrophorus Squamosus*) Dan Produk Mikrokapsulnya (dibawah bimbingan **Ir. Bambang Budi Sasmito, MS** dan **Dr. Ir. Hardoko, MS**).

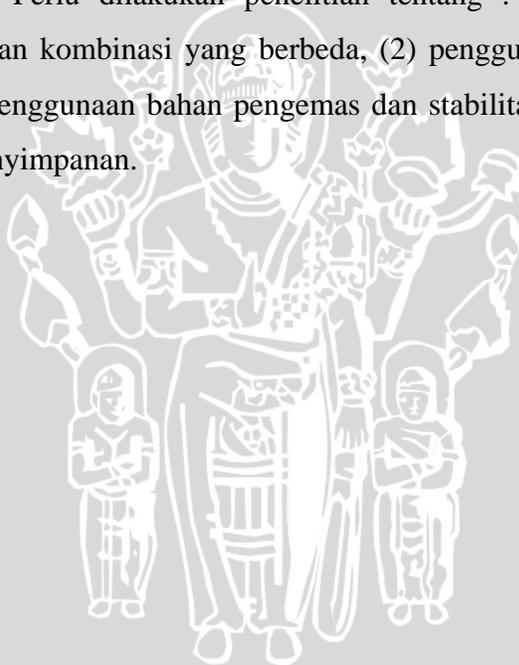
Tujuan dari penelitian ini dapat dibagi menjadi dua bagian yaitu tujuan umum dan khusus. Tujuan umum yang ingin dicapai adalah membuat produk mikrokapsul minyak hati hiu botol (*Centrophorus squamosus*). Tujuan khusus dari penelitian ini adalah untuk membandingkan kualitas minyak hati hiu botol dengan produk mikrokapsulnya. Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Pengolahan Hasil Pertanian Fakultas Teknologi Hasil Pertanian dan Laboratorium Teknologi Hasil Ternak Fakultas Peternakan Universitas Brawijaya Malang pada bulan Januari hingga Pebruari 2007.

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah uji beda dua macam perlakuan dengan analisis data menggunakan uji t sederhana tidak berpasangan. Parameter uji yang digunakan pada penelitian ini antara lain: angka iod, bilangan peroksida kadar squalene, lama waktu emulsi, stabilitas emulsi, daya serap uap air mikrokapsul, kadar air, rendemen mikrokapsul, dan efisiensi enkapsulasi.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa minyak hati hiu botol (*Centrophorus squamosus*) yang digunakan sebagai bahan baku pembuatan produk mikrokapsul mempunyai spesifikasi: angka iod 68,03 meq/kg, bilangan peroksida 3,63 meq/kg dan kadar squalene 95,941%. Mikrokapsul minyak hati hiu botol (*Centrophorus squamosus*) yang dihasilkan pada penelitian ini menggunakan enkapsulan yang terdiri atas nisbah gum arab:gelatin = 75%:25%, lesitin 5%, CMC 10% dan konsentrasi minyak hati hiu botol sebesar 50% dengan stabilitas emulsi 78,43% yang bertahan selama 48 jam 40 menit. Produk mikrokapsul yang dihasilkan mempunyai spesifikasi sebagai berikut: angka iod 56,5 meq/kg, bilangan peroksida 46,56 meq/kg, kadar squalene 56,383%, kadar air 0,62%, daya serap uap air 11,9%, rendemen mikrokapsul 34,37%, efisiensi enkapsulasi 78,67%. Hasil analisa data menggunakan uji t sederhana tidak berpasangan

dan uji lanjutan Mann Whitney menunjukkan bahwa proses pengeringan dengan menggunakan *Spray dryer* memberikan pengaruh yang berbeda nyata ($p < 0,05$) antara minyak hati hiu botol yang digunakan sebagai bahan baku dengan produk mikrokapsulnya sehingga menyebabkan terjadinya penurunan kualitas produk yang bisa dilihat dari penurunan angka iod 16,95% dan kadar squalene sebesar 41,23% serta peningkatan bilangan peroksida sebesar 92,20. Sehingga dapat disimpulkan bahwa kualitas produk mikrokapsul minyak hati hiu botol lebih rendah apabila dibandingkan dengan minyak hati hiu botol sebagai bahan bakunya.

Disarankan perlu ditambahkan antioksidan pada minyak hati hiu botol (*Centrophorus squamosus*) dan proses penyimpanan harus lebih diperhatikan sehingga kualitasnya lebih baik. Perlu dilakukan penelitian tentang : (1) pemakaian bahan penyalut dengan jenis dan kombinasi yang berbeda, (2) penggunaan suhu *spray dryer* yang berbeda, dan (3) penggunaan bahan pengemas dan stabilitas mikrokapsul minyak hati hiu botol selama penyimpanan.



KATA PENGANTAR

Syukur Alhamdulillah kepada Allah SWT atas segala rahmat dan hidayah-Nya serta diberikan-Nya kesempatan pada penulis sehingga penelitian dan laporan skripsi ini dapat diselesaikan. Laporan ini disusun sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana perikanan di Fakultas Perikanan Universitas Brawijaya Malang.

Atas diselesaikannya laporan skripsi, ini penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada:

- Ir. Bambang Budi Sasmito, MS. selaku Dosen Pembimbing I
- Dr. Ir. Hardoko, MS. selaku Dosen Pembimbing II

Atas segala petunjuk dan bimbingannya sejak penyusunan usulan penelitian sampai dengan selesainya penyusunan laporan skripsi ini.

- Bapak, Ibu (Alm), Adik serta Keluarga Besar Surabaya dan Kasembon-Malang atas dukungan dan doa yang tidak ada hentinya.
- Semua pihak yang telah memberikan dorongan dan bantuan dalam proses penyusunan laporan skripsi ini.

Akhirnya penulis berharap semoga laporan skripsi ini bermanfaat dan dapat memberikan informasi bagi semua pihak yang berminat dan memerlukan.

Malang, Maret 2007

Penulis

DAFTAR ISI

RINGKASAN	i
KATA PENGANTAR	iii
LEMBAR PENGESAHAN	iv
DAFTAR ISI	v
DAFTAR GAMBAR	vii
DAFTAR TABEL	viii
DAFTAR LAMPIRAN	ix
1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Kegunaan	4
1.5 Hipotesa	4
1.6 Tempat dan Waktu Penelitian	4
2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Ikan Hiu Botol	5
2.2 Minyak Hati Hiu Botol	6
2.3 Squalene	7
2.4 Kerusakan Minyak dan Lemak	9
2.5 Mikroenkapsulasi	10
2.5.1 Enkapsulan	11
2.5.2 <i>Emulsifier</i>	15
2.5.3 <i>Stabilizer</i>	18
2.5.4 Teknik Mikroenkapsulasi	20
2.5.4.1 <i>Spray Dryer</i>	21
2.5.5 Desain Mikrokapsul	23
3. METODE PENELITIAN	25
3.1 Materi Penelitian	25
3.1.1 Bahan Penelitian	25
3.1.2 Peralatan Penelitian	25
3.2 Metode Penelitian	25
3.2.1 Penelitian Tahap I. Pengujian Terhadap Kualitas Minyak Hati Hiu Botol	25
3.2.2 Penelitian Tahap Iia. Mencari Stabilitas Emulsi Tertinggi Untuk Dikeringkan Dengan <i>Spray dryer</i>	26
3.2.2.1 Perlakuan dan Rancangan Penelitian	26
3.2.2.2 Prosedur Penelitian	27
3.2.2.3 Parameter Uji	29
3.2.3 Penelitian Tahap Iib. Pembuatan Mikrokapsul Dengan <i>Spray dryer</i>	

Serta Komparasi Kualitas Minyak Hati Hiu Botol dan Produk Mikrokapsulnya.....	29
3.2.3.1 Perlakuan dan Rancangan Penelitian	30
3.2.3.2 Prosedur Penelitian	30
3.2.3.3 Parameter Uji	31
3.3 Prosedur Parameter Uji.....	32
3.3.1 Angka Iod.....	32
3.3.2 Bilangan Peroksida	33
3.3.3 Kadar Squalene	34
3.3.4 Daya Serap Uap Air	34
3.3.5 Kadar Air	35
3.3.6 Rendemen Mikrokapsul	36
3.3.7 Efisiensi Enkapsulasi	36
3.3.8 Stabilitas Emulsi	38
3.4 Analisis Data	38
4. HASIL DAN PEMBAHASAN	39
4.1 Hasil Penelitian Tahap I : Pengujian Terhadap Kualitas Minyak Hati Hiu Botol	39
4.1.1 Angka Iod	39
4.1.2 Bilangan Peroksida	40
4.1.3 Kadar Squalene	42
4.2 Penelitian Tahap Ila : Mencari Stabilitas Emulsi Tertinggi Untuk Dikeringkan Dengan <i>Spray dryer</i>	43
4.3 Penelitian Tahap Iib : Pembuatan Mikrokapsul Dengan <i>Spray dryer</i> Serta Komparasi Kualitas Minyak Hati Hiu Botol Dan Produk Mikokapsulnya	48
4.3.1 Angka Iod	50
4.3.2 Bilangan Peroksida	52
4.3.3 Kadar Squalene	55
4.3.4 Kadar Air	57
4.3.5 Daya Serap Uap Air Mikrokapsul	59
4.3.6 Rendemen Mikrokapsul	60
4.3.7 Efisiensi Enkapsulasi	62
5. KESIMPULAN DAN SARAN	64
DAFTAR PUSTAKA	65
DAFTAR LAMPIRAN	70

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
1. <i>Centrophorus squamosus</i>	5
2. Struktur Kimia Squalene	8
3. Struktur Kimia Gelatin.....	13
4. Struktur Lesitin	17
5. Unit Struktur <i>Carboxymethylcellulose</i>	19
6. Produk Mikrokapsul	24
7. Prosedur Pembuatan Emulsi Pada Penelitian Tahap Iia	28
8. Prosedur Penelitian Tahap Iib	31
9. Grafik Hasil Pengujian Emulsi	44
10. Satu Droplet Emulsi Dengan Perbesaran 1000x	46
11. Serbuk Mikrokapsul Minyak Hati Hiu Botol (<i>Centrophorus squamosus</i>)	49
12. Foto Produk Mikrokapsul Dengan Perbesaran 1000x	49
13. Rerata Angka Iod Minyak Hati Hiu Botol Dan Produk Mikrokapsulnya	50
14. Rerata Bilangan Peroksida Minyak Hati Hiu Botol Dan Produk Mikrokapsulnya	53
15. Rerata Kadar Squalene Minyak Hati Hiu Botol Dan Produk Mikrokapsulnya ...	56

DAFTAR TABEL

	Halaman
1. Berbagai Jenis Ikan Hiu Dan Kadar Squalene-nya.....	6
2. Standar Mutu Gelatin	14
3. Hubungan Antara Nilai HLB dengan Pemanfaatan Surfaktan	16
4. Formulasi Enkapsulan Dan Bahan Inti	27
5. Model Statistika Rancangan Percobaan.....	30
6. Hasil Pengamatan Kualitas Minyak Hati Hiu Botol (<i>Centrophorus squamosus</i>) .	39
7. Hasil Analisis Produk Mikrokapsul Minyak Hati Hiu Botol.....	49



DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
1. Perhitungan Rerata Data Penelitian Tahap I	70
2. Perhitungan Data Lama Waktu Emulsi	71
3. Data Stabilitas Emulsi (%) Hasil Penelitian Tahap II b	72
4. Gambar Emulsi	73
5. Gambar Bahan Baku Dan Produk	74
6. Data Angka Iod Minyak Hati Hiu Botol dan Produk Mikrokapsulnya (meq/kg) .75	75
7. Data Bilangan Peroksida (meq/kg)	76
8. Data Kadar Squalene Minyak Hati Hiu dan Produk Mikrokapsulnya (%)	77
9. Perhitungan Rerata Data Penelitian Tahap IIb	78
10. Foto Alat-alat Yang Digunakan Dalam Penelitian	79
11. Hasil Identifikasi Squalene Dengan <i>High Performance Liquid Chromatography</i>	80
12. Karakteristik Buchi <i>Mini Spray dryer</i> B-290	84

1 PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Minyak hati ikan hiu terutama tersusun atas komponen tersabunkan yaitu trigliserida dari asam lemak jenuh dan tidak jenuh dengan gliserol (Miwa, 1972). Asam lemak tidak jenuh yang terdapat didalamnya antara lain asam eicosenoat ($C_{20}H_{38}O_2$), eicosatrienoat ($C_{20}H_{34}O_2$), docosatrienoat ($C_{22}H_{38}O_2$), docosatetraenoat ($C_{22}H_{36}O_2$), docosapentaenoat ($C_{22}H_{34}O_2$) dan docosahexaenoat ($C_{22}H_{32}O_2$) (Tsuchiya, 1961). Minyak ikan selain terdiri dari trigliserida juga mengandung komponen non lemak yang dikenal dengan komponen tidak tersabun (Brody, 1965). Komponen ini terlarut dalam minyak dan menurut Miwa (1972), pada genus *Centrophorus* dapat mencapai 50-80%. Komponen tak tersabun yang penting pada minyak hati ikan hiu adalah vitamin A dan squalene. Pada minyak hati hiu, 85% dari bagian yang tak tersabun terdiri dari senyawa hidrokarbon seperti squalene, zamene dan pristine (Brody, 1965). Tsuchiya (1961), menambahkan bahwa 80% dari hidrokarbon pada minyak hati ikan hiu adalah squalene.

Menurut Yokota (2004), squalene adalah bahan makanan sehat alami (*Natural Health Food*) yang diekstrak dari hati ikan hiu botol (*Aizame, Spiny Dog Fish* atau *Centrophorus atromarginatus garman*). Squalene ($C_{30}H_{50}$) merupakan hidrokarbon alifatik tidak jenuh, tidak berwarna yang terdiri atas suatu trans-isoprenoid dengan 30 karbon dan 6 unit isoprene yang banyak ditemukan pada hati hiu (Anonymous, 2006^a). Squalene adalah kunci perantara dalam biosintesa kolesterol dan mempunyai kemampuan untuk menyerap oksigen. Nama kimianya adalah -2, 6, 10, 15, 19, 23-Hexamethyl-2, 6, 10, 14, 18, 22-Tetracosahexaene. Dalam biosintesa kolesterol, squalene akan menghambat aktivitas reduktase koenzim A 3-hidroxy-3-methylglutaryl

yang merupakan sebuah aktivitas yang dapat menambah jumlah efek anti proliferasi di beberapa model kanker pada hewan (Anonymous, 2006^b). Squalene mempunyai bobot molekul 410,71 g/mol dengan densitas 0,855 g/cm³. Titik lebur squalene adalah -100°C dan titik didihnya adalah 285°C pada 25 mmHg (Anonymous, 2006^c).

Lebih dari 60% squalene yang dicerna akan diserap oleh usus kecil untuk diangkut ke limpa dalam ukuran kilomikron ke sistem sirkulasi. Dalam darah, squalene diangkut dalam *very-low-density-lipoprotein* (VLDL) dan didistribusikan ke seluruh jaringan tubuh yang sebagian besar dialirkan ke kulit. Squalene diproduksi dalam tubuh ketika kolesterol diubah menjadi lemak. Oksidasi dari salah satu ikatan ganda squalene menghasilkan 2,3-squalene oksida yang membantu siklus enzim katalase untuk membentuk lanosterol, yang kemudian bergabung menjadi kolesterol dan steroid lain (Anonymous, 2006^c). Diduga squalene mempunyai efek menurunkan kolesterol. Penelitian lain menyebutkan bahwa squalene efektif dalam menghambat tumor paru-paru, dapat melawan kanker kolon, meningkatkan sistem imun, menurunkan tingkat kolesterol, dan dapat digunakan untuk meningkatkan potensi obat penurun kolesterol (Anonymous, 2006^b). Secara umum, minyak hati ikan hiu botol (*Centrophorus squamosus*) mempunyai manfaat dan khasiat yang tinggi bagi kesehatan tubuh, yakni menjaga dan meningkatkan kesegaran dan kebugaran sepanjang hari (Yokota, 2004).

Terdapat kendala dalam mengonsumsi minyak hati ikan hiu botol ini secara langsung yaitu bau amis yang kurang disukai. Maka diperlukan upaya untuk memanfaatkan produk bernilai tinggi ini menjadi produk yang lebih bisa diterima. Upaya tersebut adalah dengan melakukan mikroenkapsulasi pada minyak hati ikan hiu botol yang mengandung squalene melalui metode pengeringan menggunakan *spray drier*. Mikroenkapsulasi minyak hati hiu botol merupakan suatu upaya untuk

memanfaatkan potensi yang dimiliki minyak hati hiu botol sebagai bahan makanan tambahan. Teknik enkapsulasi dapat mengatasi kelemahan minyak yang bersifat sangat sensitif terhadap oksigen dan memiliki citarasa yang tidak enak dengan menghasilkan produk berbentuk padatan berukuran mikro sehingga dapat dengan mudah dicampur dengan makanan lain (Permadi *dkk*, 2002). Hasil modifikasi ini diharapkan dapat digunakan sebagai nutrifikasi pada produk pangan terutama susu dan makanan serta peningkatan nilai guna minyak hati ikan hiu botol.

Penelitian mengenai enkapsulasi telah dilakukan oleh Permadi *dkk* (2002). Dalam penelitian tersebut digunakan minyak ikan lemuru sebanyak 25% sebagai inti dan sebagai bahan pelapis digunakan 75% gum arab dan 25% gelatin dengan 5% lesitin sebagai pengemulsi. Untuk penstabil digunakan CMC sebesar 10%. Efisiensi enkapsulasi tertinggi yang diperoleh dalam penelitian tersebut berasal dari emulsi dengan tingkat kestabilan paling tinggi (stabilitas 28 jam) yaitu sebesar sebesar 92%.

Mengacu pada penelitian diatas, dengan menggunakan komposisi bahan yang sama dan untuk diaplikasikan pada mikroenkapsulasi minyak hati hiu botol, diharapkan akan dapat memberikan perlindungan yang efektif pada minyak tersebut.

1.2 Perumusan Masalah

Permasalahan pada penelitian ini adalah bagaimana kualitas minyak hati hiu botol (*Centrophorus squamosus*) jika dibandingkan dengan produk mikrokapsulnya.

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini dapat dibagi menjadi dua bagian yaitu tujuan umum dan khusus. Tujuan umum yang ingin dicapai adalah membuat produk mikrokapsul minyak hati hiu botol (*Centrophorus squamosus*). Tujuan khusus dari penelitian ini

adalah untuk membandingkan kualitas minyak hati hiu botol dengan produk mikrokapsulnya.

1.4 Kegunaan

Kegunaan dari penelitian ini adalah untuk memberikan nilai tambah dari minyak hati hiu botol (*Centrophorus squamosus*) melalui mikroenkapsulasi.

1.5 Hipotesa

Kualitas minyak hati hiu botol (*Centrophorus squamosus*) akan dapat ditingkatkan melalui mikroenkapsulasi.

1.6 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Pengolahan Hasil Pertanian Fakultas Teknologi Hasil Pertanian dan Laboratorium Teknologi Hasil Ternak Fakultas Peternakan Universitas Brawijaya Malang pada bulan Januari hingga Pebruari 2007.

2 TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Ikan Hiu Botol

Menurut Yokota (2004), ikan hiu botol (*Aizame*, *Spiny Dog Fish* atau *Centrophorus atromarginatus garman*) hidup di laut pada kedalaman antara 300-1000 m dari permukaan laut. Hiu ini tergolong jenis hiu terkecil, dengan ukuran panjang tubuh tidak lebih dari 1,5 meter dan berat kira-kira 50 kilogram, tapi mempunyai organ hati yang paling besar dibandingkan dengan jenis ikan hiu lain. Berat hatinya kira-kira 40% dari berat badan atau kira-kira 20 kilogram. Di dalam organ tersebut terdapat kadar Squalene yang tinggi, yakni kira-kira 90% dari berat hatinya. Ikan hiu botol dan hatinya dapat dilihat pada gambar 1.



(a)



(b)

Gambar 1. *Centrophorus squamosus* (a. hati ikan hiu, (b) Ikan hiu botol) (Anonymous, 2003)

Menurut Budiarmo (2003), ikan hiu botol banyak ditemukan di perairan Indonesia, Phillipina, Spanyol, Portugal, Norwegia dan beberapa negara lain di Afrika. Dari negara-negara produsen tersebut, kualitas dan kadar squalene yang terkandung dalam hati yang paling tinggi dan baik mutunya adalah yang berasal dari perairan Indonesia. Berbagai jenis ikan hiu dan kadar squalene-nya dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Berbagai Jenis Ikan Hiu dan Kadar Squalenya

Jenis Ikan Hiu	% squalene dalam hati
Centrophorus atromarginatus (Asia)	80-85
Water crocodile	71,8
Morimiya shark	79,4
Torimizu crocodile	65,9
Centrophorus atromarginatus (Eropa)	58,3
Kiku shark	53,5
Centrosymnus ownstoni (Asia)	39,2
Komami shark	35,6
Kinbe shark	30,3
Dalantias nebulosa	29,2
Cetrorhinus maximus	26,0
Centrosymnus owstoni	24,3
Biwato shark	19,5
Kuroko shark	13,5
Squantina nebulosa	7,0

Sumber: Budiarmo (2003)

2.2 Minyak Hati Hiu Botol (*Centrophorus squamosus*)

Minyak hati ikan hiu terutama tersusun atas komponen tersabunkan yaitu trigliserida dari asam lemak jenuh dan tidak jenuh dengan gliserol (Miwa, 1972). Asam lemak tidak jenuh yang terdapat didalamnya antara lain asam eicosenoat ($C_{20}H_{38}O_2$), eicosatrienoat ($C_{20}H_{34}O_2$), docosatrienoat ($C_{22}H_{38}O_2$), docosatetraenoat ($C_{22}H_{36}O_2$), docosapentaenoat ($C_{22}H_{34}O_2$) dan docosahexaenoat ($C_{22}H_{32}O_2$) (Tsuchiya, 1961).

Brody (1965) mengatakan bahwa berat hati ikan cucut adalah 10-15% dari berat tubuh, selanjutnya dikatakan bahwa hati ikan cucut mengandung minyak 30-75%. Raharjo dan Suharto (1972) mengatakan bahwa jenis ikan cucut yang tertangkap di Indonesia mengandung minyak 20-60% dengan kadar vitamin A 3000-153000 IU per gram minyak. Brody (1965) menambahkan bahwa minyak hati ikan cucut mengandung 25% asam lemak jenuh dan 75% asam lemak tidak jenuh.

Minyak ikan selain terdiri dari trigliserida juga mengandung komponen non lemak yang dikenal dengan komponen tidak tersabun (Brody, 1965). Komponen ini terlarut dalam minyak dan menurut Miwa (1972), pada genus *Centrophorus* dapat mencapai 50-80%. Komponen tak tersabun yang penting pada minyak hati ikan hiu adalah vitamin A dan squalene. Pada minyak hati hiu, 85% dari bagian yang tak tersabun terdiri dari senyawa hidrokarbon seperti squalene, zamene dan pristine (Brody, 1965). Tsuchiya (1961), menambahkan bahwa 80% dari hidrokarbon pada minyak hati ikan hiu adalah squalene. Minyak hati ikan yang mengandung komponen non lemaknya tinggi biasanya mengandung squalene (Brody, 1965).

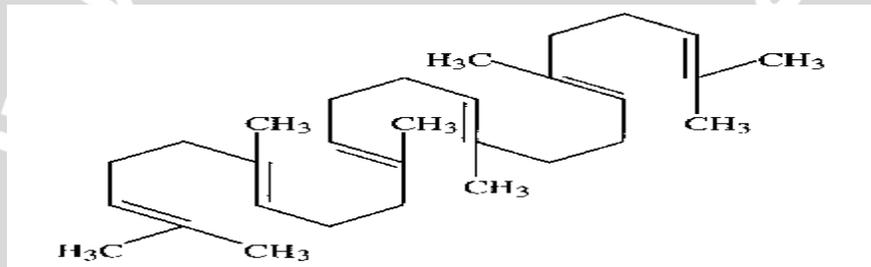
2.3 Squalene

Menurut Yokota (2004), squalene adalah bahan makanan sehat alami (*Natural Health Food*) yang diekstrak dari hati ikan hiu botol (*Aizame, Spiny Dog Fish* atau *Centrophorus atromarginatus garman*). Squalene ($C_{30}H_{50}$) merupakan hidrokarbon alifatik tidak jenuh, tidak berwarna yang terdiri atas suatu trans-isoprenoid dengan 30 karbon dan 6 unit isoprene yang banyak ditemukan pada hati hiu (Anonymous, 2006^a). Squalene adalah kunci perantara dalam biosintesa kolesterol dan mempunyai kemampuan untuk menyerap oksigen. Nama kimianya adalah -2, 6, 10, 15, 19, 23-Hexamethyl-2, 6, 10, 14, 18, 22-Tetracosahexaene.

Squalene berbentuk cairan seperti minyak, tetapi bukanlah minyak seperti pengertian secara harfiah, dimana senyawa ini tidak mengandung asam lemak/gugus karboksil. Cairan tersebut berwarna kuning muda sampai jernih, berbau khas. Squalene mempunyai bobot molekul 410,71 g/mol dengan densitas 0,855 g/cm³. Titik lebur

squalene adalah -100°C dan titik didihnya adalah 285°C pada 25 mmHg sehingga pada suhu kamar squalene berbentuk cair (Anonymous, 2006^c).

Squalen bersifat non-polar dan mudah larut dalam petroleum eter, dietil eter, karbon tetraklorida, aseton, n-heksan dan pelarut lemak lainnya (Newman, 1972). Squalen dapat dipisahkan dari fraksi tidak tersabunkan dalam minyak hati ikan cucut dengan kromatografi kolom menggunakan penyerap alumina berukuran 80-200 mesh dan eluen petroleum eter (Williams, 1989). Struktur kimia squalene dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Struktur Kimia Squalene (Anonymous, 2006^b)

Dalam biosintesa kolesterol, squalene akan menghambat aktivitas reduktase koenzimA 3-hydroxy-3-methylglutaryl yang merupakan sebuah aktivitas yang dapat menambah jumlah efek anti proliferasi di beberapa model kanker pada hewan (Anonymous, 2006^b).

Lebih dari 60% squalene yang dicerna akan diserap oleh usus kecil untuk diangkut ke limpa dalam ukuran kilomikron ke sistem sirkulasi. Dalam darah, squalene diangkut dalam *very-low-density-lipoprotein* (VLDL) dan didistribusikan ke seluruh jaringan tubuh yang sebagian besar dialirkan ke kulit. Squalene diproduksi dalam tubuh ketika kolesterol diubah menjadi lemak. Oksidasi dari salah satu ikatan ganda squalene menghasilkan 2,3-squalene oksida yang membantu siklus enzim katalase untuk



Propagasi (*propagation*)



Terminasi (*termination*)



Faktor-faktor yang mempercepat oksidasi (*akselerator*) dapat dibagi menjadi 4 klas, yaitu: 1) radiasi, misalnya oleh panas dan cahaya, 2) bahan pengoksidasi (*oxidizing agents*) misalnya peroksida, perasid, ozone, asam nitrat dan beberapa senyawa organik nitro, dan aldehida aromatik, 3) katalis metal khususnya garam dari beberapa macam logam berat dan 4) sistem oksidasi, misalnya adanya katalis organik yang labil terhadap panas (Ketaren, 1986).

Selain itu kerusakan lemak juga disebabkan karena adanya pengaruh temperatur dan cahaya pada waktu pengolahan maupun penyimpanan. Temperatur yang tinggi dapat mengakibatkan oksidasi karena adanya temperatur yang tinggi akan mempercepat reaksi antara molekul-molekul minyak dengan oksigen. Cahaya juga menyebabkan kerusakan minyak atau lemak karena dapat mempercepat terbentuknya peroksida (Ketaren, 1986).

Cahaya yang paling berbahaya dalam kerusakan minyak adalah cahaya matahari, karena dalam cahaya matahari mengandung ultra violet yang dapat mengakibatkan kerusakan minyak yaitu oksidasi (Ketaren, 1986).

2.5 Mikroenkapsulasi

Menurut Sulaiman dan Fudhol (2003), mikroenkapsulasi adalah suatu proses pembuatan mikrokapsul dari bahan aktif yang berbentuk padat, cair atau suatu bentuk

dispersi, dengan suatu lapisan tipis penyalut. Partikel-partikel yang terenkapsulasi disebut inti (*core*), aktif agen, fase internal aktif, nukleus, atau isi. Pelapis diseputar isi dapat terdiri dari polimer organik, hidrokoloid, gula, wax, lemak, metal atau oksida anorganik (Anonymous, 1999^a). Mikro kapsul digunakan dalam berbagai tujuan antara lain mencegah rusaknya bahan yang reaktif terhadap lingkungannya.

2.5.1 Enkapsulan

Bahan pelapis (*enkapsulan*) yang digunakan dapat terdiri dari 2 atau 3 jenis bahan. Bahan pelapis yang terdiri dari protein dan karbohidrat mempunyai sifat rehidrasi yang bagus (Lin *et al*, 1995). Gum arab, gelatin, maltodekstrin, pati termodifikasi, sukrosa, beberapa jenis garam, protein sayur dan susu, lilin dan lemak adalah berbagai enkapsulan yang umum digunakan.

Protein putih telur dinyatakan dapat dimanfaatkan dalam pencegahan penurunan kadar iodium pada mikroenkapsulasi kalium iodida selama penyimpanan. Konsentrasi putih telur yang optimal dipakai sebesar 20% dan 25% dengan larutan kalium iodida sebanyak 5% (Sulaiman dan Fudhol, 2003). Polimetakrilat yang digunakan sebagai bahan panyalut tablet kunyah ibuprofen terbukti dapat menghasilkan morfologi permukaan tablet yang lebih rapat (Chaerunisaa, 2004).

Etil selulosa sebagai enkapsulan dalam mikroenkapsulasi obat anti kanker dapat memperpanjang waktu pelepasan obat sehingga dapat meningkatkan efek kemoterapi (Genghua *et al*, 2003). Bahan tersebut juga digunakan dalam mikroenkapsulasi propanolol hidroklorida. Bahan ini optimal digunakan dalam perbandingan antara inti dan polimer sebesar 1:3 (Sutriyo *et al*, 2004). Pemakaian kitosan sebagai penyalut mikro kapsul insulin mempunyai dampak antihiperqlikemik dalam tingkat glukosa darah

terhadap hewan uji tikus Wistar (Huang *et al*, 2003). Kombinasi antara gelatin dan gum arab digunakan pada penelitian Sustriawan (2002) dengan perbandingan 1:1 yang menghasilkan efisiensi enkapsulasi sebesar 33,59%.

Pemakaian beberapa tipe bahan penyalut secara bersamaan juga bisa dilakukan. Aroma (2002) juga mengkombinasikan beberapa tipe bahan penyalut yaitu gelatin, gum arab dan karageenan dengan komposisi 1:2:1 dalam mikroenkapsulasi minyak ikan tuna yang menghasilkan stabilitas emulsi selama 19 jam 10 menit dan efisiensi enkapsulasi sebesar 71,90%. Gelatin, gum arab dan dextrin dengan perbandingan konsentrasi 1:2:1 digunakan sebagai bahan pelapis terhadap kualitas mikrokapsul minyak ikan tuna (Suparmi, 2001). Nisbah gum arab dan gelatin juga dipakai dalam penelitian Permadi *dkk* (2002) sebesar 75%:25% menghasilkan stabilitas emulsi 28 jam dan efisiensi enkapsulasi sebesar 92%. Tiap-tiap bahan enkapsulan memiliki efisiensi serta sifat *release* tersendiri. Bahan penyalut yang digunakan dalam penelitian ini adalah dari golongan protein yaitu gelatin dan dari golongan karbohidrat yaitu gum arab.

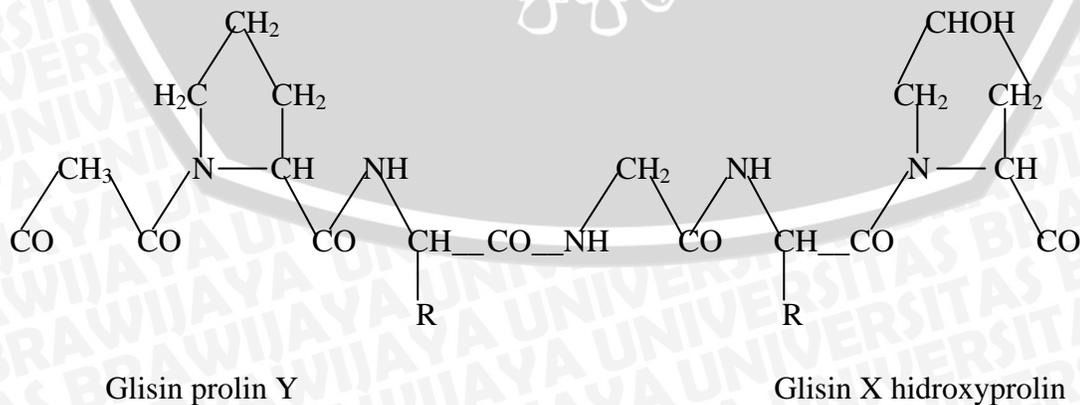
Gelatin diaplikasikan sebagai bahan penyalut pada mikroenkapsulasi *flavor*, pewarna dan vitamin. Lebih jauh, Krocha *et al* (1997) menjelaskan gelatin digunakan untuk mengkapsulkan bahan makanan dan obat-obatan berkadar air rendah ataupun fase minyak. Dalam hal ini, gelatin memberikan fungsi perlindungan terhadap cahaya dan oksigen, disamping peningkatan rendemen.

Gelatin diproduksi dari tulang atau kulit hewan yang telah diperlakukan dengan basa ataupun asam yang diikuti dengan langkah-langkah ekstraksi air. Gelatin berbentuk bubuk berwarna kuning transparan, fleksibel dengan bentuk tidak beraturan. Gelatin merupakan suatu protein yang apabila ditambah air panas akan membentuk dispersi koloidal dan mempunyai kadar air berkisar 16-18%. Sisanya merupakan protein dengan

kandungan terbesar glisin 25,5%. Asam amino lainnya adalah arginin, prolin, lisin dan leusin (Winarno, 1997). Hui (1992), menyatakan bahwa bila gelatin didiamkan dalam air dingin, maka bahan ini akan menyerap air dan mengembang 5-10 kali lipat dari volume semula, menjadi seperti karet atau jeli dan secara kaku dapat dipertahankan bentuknya. Peningkatan temperatur hingga di atas 40°C membuat granula gelatin yang tidak larut menjadi larut dan terbentuklah larutan. Gel akan terbentuk bila larutan didinginkan. Gelatin mempunyai kemampuan untuk membentuk gel pada level pH dalam sistem bahan pangan dan tidak mengakibatkan terjadi sineresis.

Gelatin ada dua type, yaitu type A dan B. Type A dihasilkan dari proses asam yang mempunyai titik isoelektrik pada pH 7-9, sedangkan type B dihasilkan dengan proses alkali yang mempunyai titik isoelektrik pada pH 4,8-5,2. Campuran type A dan type B dapat dihasilkan dengan memodifikasi titik isoelektrik diluar nilai tersebut.

Secara struktural, molekul gelatin mengandung pengulangan sekuens *triple* X-Y glisin, dimana X dan Y seringkali adalah prolin dan asam amino hidroksiprolin. Sekuens ini bertanggung jawab terhadap struktur *triple helix* gelatin dan kemampuannya untuk membentuk gel dimana wilayah *helix* dalam rantai protein menahan air (Anonymous, 2000). Struktur kimia gelatin dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Struktur Kimia Gelatin (Anonymous, 2000)

Dari segi gizi, gelatin merupakan protein yang tidak lengkap karena tidak mengandung triptophan sebagai asam amino esensial. Gelatin mempunyai sifat keras, tidak berasa, tidak berbau, apabila kering warnanya hampir putih. Standar mutu gelatin dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Standar Mutu Gelatin Menurut SNI

Karakteristik	Syarat
Warna	Tidak berwarna
Bau, rasa	Normal (dapat diterima konsumen)
Kadar Air	Maks. 16%
Kadar Abu	Maks. 3,25%
Logam berat	Maks. 50 mg/kg
Arsen	Maks. 2 mg/kg
Tembaga	Maks. 30 mg/kg
Seng	Maks. 100 mg/kg
Sulfit	Maks. 1000 mg/kg

Sumber: Hadiwiyoto (1993)

Gum arab merupakan gum yang memiliki kegunaan yang nyata bila dibandingkan dengan beberapa gum yang dikeringkan dan tetesan gumnya dikumpulkan secara manual dari beberapa pohon-pohon dan semak-semak lainnya. Kebanyakan gum arab yang digunakan didapat dari pohon *Acacia senegal* yang banyak dijumpai di daerah Afrika. Gum dimurnikan melalui proses pengendapan dengan menggunakan etanol dan diikuti dengan proses *electrodialysis* (Stephen and Churms, 1995).

Gum arab secara alami merupakan pencampuran dari garam kalsium, magnesium, dan kalium dengan asam polisakarida (asam arabik). Komposisi gum arab terdiri dari 30,3% L-arabinosa, 11,4% L-ramnosa, 36,6% D-galaktosa dan 13,8% D-asam glukoronat (Koswara, 1995). Gum arab mempunyai berat molekul sebesar 240.000-300.000 (Furia, 1983).

Gum arab jauh lebih mudah larut dalam air dibanding hidrokoloid lain. Gum arab larut dalam air dingin dan air panas, berfungsi sebagai *stabilizer* serta mempunyai daya rekat tinggi jika dalam bentuk larutan (Krocha *et al*, 1997). Gum arab mempunyai kelarutan yang tinggi hingga 50% dalam larutan dan memberikan viskositas larutan yang rendah jika dibandingkan dengan senyawa hidrokoloid yang lain. Kemampuan gum arab sebagai pengemulsi karena adanya protein yang terikat pada rantai polisakarida (Sanderson, 1996).

Selanjutnya Hui (1992) mengatakan bahwa gum arab memiliki sifat tidak berasa, tidak berbau, tidak berwarna, dan tidak beracun, tidak mengandung kalori dan digolongkan sebagai serat larut. Gum arab tergolong unik diantara gum-gum yang lain karena memiliki kemampuan sebagai pelindung koloid, dan karena itu sering digunakan sebagai bahan penyalut untuk berbagai senyawa *flavor* (Sanderson, 1996).

Gum arab memiliki kemampuan mendorong pembentukan emulsi minyak dalam air. Gum arab digunakan dalam emulsi *flavor* pada kepekatan 15-20% dengan perbandingan 1:2 sampai 1:3 terhadap berat minyak. Emulsi yang mengandung 30% gum digunakan untuk pengeringan dengan pengering semprot (Tranggono *et al*, 1990).

2.5.2 *Emulsifier*

Emulsifikasi adalah suatu sistem dua fase dari dua cairan yang tidak bercampur atau hanya sebagian bercampur, dimana yang satu terdispersi didalam yang lain dalam bentuk partikel. *Emulsifier* didefinisikan sebagai senyawa yang dapat mengubah tegangan permukaan untuk mempertahankan kestabilan emulsi. Fungsi utama *emulsifier* dalam menjaga kestabilan emulsi adalah dengan cara mengurangi tegangan permukaan, membentuk lapisan film kohesif yang menyelimuti globula lemak atau minyak dan

menentukan nilai elektrik pada permukaan globula. Untuk memudahkan proses pengeringan dalam enkapsulasi, bahan harus tercampur sempurna. Setelah bahan inti dicampur dengan bahan penyalut dalam fase cair, kemudian ditambahkan *emulsifier* dan dihomogenisasi agar diperoleh emulsi minyak dalam air dengan ukuran kecil dan seragam (Hui, 1992).

Dengan mengatur viskositas dua fase yang hampir sama dan penggunaan *emulsifier* yang baik akan memperkecil ukuran partikel. Salah satu sistem emulsi dapat dibentuk dengan melarutkan protein, karbohidrat atau kombinasi keduanya dan mensuspensikan partikel-partikel minyak dalam larutan tersebut. Karena pengaruh suhu, maka partikel lemak akan terikat oleh matrik protein membentuk kantong-kantong yang menyelubungi partikel lemak (Hui, 1992).

Salah satu karakteristik pengemulsi yang terpenting adalah nilai HLB (*Hydrophilic-Lipophilic Balance*) yang menyatakan gaya tarik relatif pengemulsi terhadap air dengan gaya tarik relatif pengemulsi terhadap minyak. Nilai HLB dari beberapa surfaktan yang digunakan dalam emulsi makanan ditunjukkan pada Tabel 3.

Tabel 3. Hubungan Antara Nilai HLB dengan Pemanfaatan Surfaktan

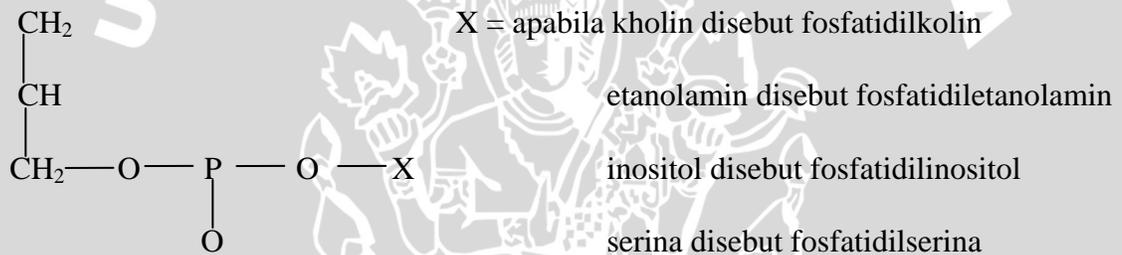
Nilai HLB	Aplikasi
4-6	Emulsifier untuk tipe w/o
7-9	Wetting agents
8-18	Emulsifier untuk tipe o/w
13-15	Detergents
15-18	Solubilizer

Sumber: Hui (1992)

Hal-hal yang perlu dipertimbangkan dalam memilih jenis *emulsifier* yang sesuai adalah dengan melihat sifat-sifat dari *emulsifier* tersebut, antara lain: kemampuan untuk menurunkan tegangan permukaan hingga kurang dari 10 dyne/cm, kemampuan untuk

diserap dengan cepat pada interface, kemampuan untuk berfungsi secara efektif pada konsentrasi rendah, ketahanan terhadap perubahan kimia, tidak beracun, berasa dan berwarna, serta ekonomis (Hui, 1992).

Emulsifier yang biasa digunakan yaitu lesitin. Lesitin merupakan zat pengemulsi alamiah yang banyak digunakan dalam industri pangan modern. Lesitin ialah *fosfatidilkolin*, biasanya bentuk L-alpha. Lesitin diisolasi dari otak sapi, juga jantung hati sapi, dari kuning telur (dikeringkan/dibekukan), dari burung merak, tetapi juga ada dari kedelai sehingga sumber lesitin bisa dari hewan atau tanaman (Hui, 1992). Struktur lesitin dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Struktur Lesitin

Fosfolipida tersebut dari strukturnya tampak bahwa dapat bertindak sebagai pengemulsi karena mempunyai gugus hidrofilik dan hidrofobik pada molekulnya. Menurut Widiatmoko (1992), emulsifluid seperti lesitin mudah bergabung dengan yang berbasis gliserida, ester, sorbitan dan gliserida tinggi namun perlu dicoba terlebih dahulu. Emulsifluid stabil (jangka panjang) dalam keadaan sedikit asam dan sedikit basa, tanpa terjadi kerusakan oksidatif (berakibat ketengikan).

Pada zat pengemulsi berkomplek lesitin biasanya selalu mengandung selulosa (2%), hemi selulosa (6%), gula (14%) yang meliputi sukrosa, stakiosa, rafinosa, glukosa, fruktosa. Kandungan vitamin meliputi betakaroten, thiamin, riboflavin, niasin, asam

pantotenat, piridoksin, biotin, asam folat, tokoferol, inositol, kholin, dan asam askorbat. Mineralnya mencakup kalium, Na, Ca, Mg, P, S, Cl, Fe, Cu, Mn, Zn (Winarno, 1997).

Lesitin mempunyai nilai HLB 4 yang sesuai untuk sistem emulsi w/o (*water in oil*). Lesitin dapat menjaga minyak dan air tidak terpisah, mencegah ketengikan, mengurangi terjadinya percikan saat penggorengan. Pengembangan zat pengemulsi basis lesitin atau tokoferol tidak hanya bermanfaat tunggal, tetapi aneka fungsi lain termasuk gizi pangan tercakup pula. Serentak pengemulsi mengoptimalkan nilai gizi protein, lemak, karbohidrat (Hui, 1992).

2.5.3 Stabilizer

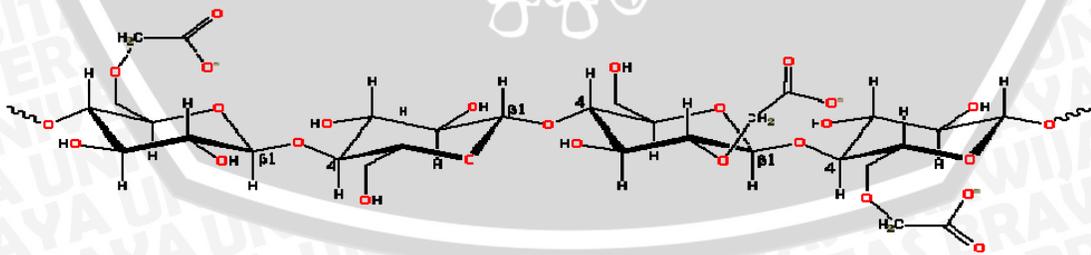
Stabilizer yang sering digunakan antara lain gelatin, *CMC*, gum arab, agar (Jeremiah, 1996). *Carboxymethylcellulose* dikenal dengan singkatan *CMC*, dimana merupakan turunan selulose melalui reaksi alkali dan asam kloroasetik yang paling banyak dipakai dalam industri pangan sebagai hidrokoloid untuk mendapatkan mutu produk yang baik (Winarno, 1997).

Carboxymethylcellulose merupakan polimer larut air semisintetik dimana gugus CH_2COOH tergabung dalam unit glukosa pada rantai selulosa melalui ikatan eter. Bahan ini tidak berasa, tidak berbau, tidak beracun, mempunyai kisaran pH 6,6-8,0 dan stabil pada pH 2-10. Bahan ini tidak larut dalam pelarut organik. Dapat bereaksi dengan garam mineral kuat untuk membentuk film yang larut air, transparan dan tidak dipengaruhi oleh material organik (Anonymous, 2005^a).

Carboxymethylcellulose dapat larut dengan cepat dalam air dingin dan biasa digunakan untuk mengontrol kekentalan tanpa membentuk gel (*CMC*, pada konsentrasi tertentu, tidak membentuk gel walaupun terdapat ion kalsium). Ketika kekentalannya

menurun selama pemanasan, CMC bisa digunakan untuk meningkatkan volume pengembangan roti dengan menambah formasi gumpalan gas. Kemampuannya mengontrol kekentalan juga dimanfaatkan sebagai *thickener*, penstabil emulsi dan *suspending agent*. Kemampuannya dalam mengikat air yang tinggi walaupun dalam viskositasnya rendah, bisa dimanfaatkan untuk menunda pembusukan dan mengurangi *intake* lemak pada makanan yang digoreng (Anonymous, 2005^b).

CMC akan terdispersi dalam air, butir-butir CMC yang bersifat hidrofilik akan menyerap air dan membengkak. Air sebenarnya berada di luar granula dan bebas bergerak, tidak dapat lagi bergerak sehingga keadaan larutan lebih mantap dan terjadi peningkatan viskositas cairan (Fennema *et al*, 1996). Mekanisme stabilitas dari CMC adalah dengan mengikuti bentuk konformasi *extended* atau *stretched ribbon* (tipe pita). Tipe tersebut terbentuk dari 1,4 β -D glukopiranosil yaitu dari rantai selulose. Bentuk konformasi pita tersebut karena bergabungnya ikatan geometri zig-zag monomer dengan jembatan hidrogen dengan 1,4 β -D glukopiranosil lain, sehingga menyebabkan susunannya menjadi stabil. CMC yang merupakan derivat dari selulose memberikan kestabilan pada produk dengan menangkap air dengan membentuk jembatan hidrogen dengan molekul CMC yang lain. Unit struktur CMC dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Unit Struktur Carboxymethylcellulose (Anonymous, 2005^b)

Pembuatan *CMC* adalah dengan cara mereaksikan NaOH dengan selulose murni, kemudian ditambahkan Na kloroasetat.



Karena *CMC* mempunyai gugus karboksil, maka viskositas larutan *CMC* dipengaruhi oleh pH larutan; pH optimalnya adalah 7-9 dan bila pH terlalu rendah (<3), *CMC* akan mengendap sedangkan diatas pH 10 terjadi penurunan viskositas. Karakteristik gel tergantung pada derajat polimerisasi (DP) umumnya >100.000 dan derajat substitusi (DS). Peningkatan derajat polimerisasi akan meningkatkan viskositas larutan (Winarno, 1997).

2.5.4 Teknik Mikroenkapsulasi

Teknik enkapsulasi yang biasa diaplikasikan pada bidang pangan, farmasi, bioteknologi dan industri kimia antara lain *spray drying*, *air suspension*, *coating extrusion*, *spray cooling* dan *spray chilling*, *centrifugal extrusion*, *rotational suspension separation*, *coacervation* dan *inclusion complexation*. Berdasarkan ukuran bahan aktif, proses enkapsulasi terbagi atas makroenkapsulasi (ukuran bahan > 5000 μm), mikroenkapsulasi (ukuran bahan 0,2-5000 μm), dan nanoenkapsulasi (ukuran bahan <0,2 μm) (Risch, 1995).

Dalam proses enkapsulasi, bahan yang akan dikapsulkan pertama-tama dicampur dengan bahan polimer pangan seperti gelatin, gum, pati termodifikasi, atau beberapa jenis protein dengan perbandingan antara bahan inti dengan penyalut dalam fase cair 1:4. Emulsifier ditambahkan untuk menghasilkan emulsi minyak dalam air dengan ukuran partikel yang kecil dan seragam (Hui, 1992).

Proses homogenisasi ini sangat penting untuk mendapatkan droplet berisi minyak dalam bahan penyalut yang stabil. Pencampuran yang baik akan menghasilkan emulsi yang baik sehingga retensi minyak selama pengeringan dapat ditingkatkan (Risch, 1995).

2.5.4.1 *Spray Dryer*

Menurut Risch (1995), terdapat beberapa teknik enkapsulasi yang dapat digunakan yaitu pengeringan semprot (*spray-drying*), pendinginan semprot (*spray-chilling*), ekstruksi dan koaservasi. Diantara metode tersebut diatas, metode pengeringan semprot merupakan metode yang paling ekonomis dan paling mudah untuk digunakan. Kelebihan dari metode *spray drying* ini adalah teknologinya sudah banyak dikuasai sehingga mudah didapat, mampu memproduksi kapsul dalam jumlah banyak, bahan pelapis yang digunakan larut dalam air sehingga dapat melepaskan bahan inti tanpa adanya bahan pelapis yang mengendap. Metode pengeringan semprot juga cocok untuk bahan yang mudah teroksidasi seperti minyak.

Enkapsulasi dengan metode pengeringan semprot meliputi dua tahapan yaitu emulsifikasi minyak dengan larutan polimer dan penghilangan pelarut dengan udara panas.

Pada umumnya, konstruksi pengering semprot terdiri dari empat bagian utama, yaitu:

- Pemanas dan kipas (minimal satu buah) untuk menghasilkan udara dengan kecepatan yang diinginkan
- Atomizer atau jet untuk menghasilkan partikel cair sesuai dengan ukuran yang diinginkan

- Chamber merupakan tempat keluarnya cairan yang telah terkabutkan kemudian kontak dengan medium pemanas
- Means untuk memindahkan produk dari aliran udara panas.

Pada pengering semprot cairan disemprotkan dalam udara panas. Butiran cairan berukuran kecil rata-rata bergaris tengah $100\mu\text{m}$, menghasilkan permukaan yang luas sehingga cepat kering (Harris dan Karmas, 1989).

Larutan dimasukkan kedalam injektor pneumatis dan melalui lubang kecil (*nozzle*), larutan tersebut ditekan (untuk mendapatkan pengkabutan) kedalam ruang-ruang yang dipanaskan (ruang pengering). Penyemprotan dapat pula dilakukan melalui cakram yang berputar dengan kecepatan tinggi (sentrifus) dimana zat cair akan menguap dengan segera karena permukaan kontak yang besar dengan udara kering yang bersuhu tinggi. Karena terjadi kontak antara bahan dan udara panas maka bahan tersebut akan menjadi bubuk. Arah pergerakan udara panas dalam ruangan dapat searah atau berlawanan dengan arah jatuhnya bahan.

Pada pengering semprot terdapat dua macam suhu yaitu suhu inlet dan suhu outlet. Suhu inlet sangat menentukan proses pengeringan sedangkan suhu outlet mengikuti suhu inlet. Suhu inlet yang dapat dicapai oleh permukaan kontak dari mesin ini cukup tinggi, namun demikian harus diupayakan supaya suhu outlet tidak melampaui titik didih pada bahan.

Umumnya proses pengeringan ini berlangsung dengan kecepatan yang seragam. Dalam proses ini penggunaan bahan bakar gas secara langsung tidak digunakan, akan tetapi digunakan pemanas uap. Produk jadi ditampung dalam wadah pengumpul. Pada beberapa alat, bahan kering keluar dari alat pengering bersama-sama dengan udara yang

keluar. Pembersihan udara yang keluar merupakan suatu keharusan untuk meningkatkan persentase hasil kering yang diperoleh.

Pengering semprot hanya butuh waktu yang singkat untuk kontak antara produk dengan medium pengering (biasanya udara panas). Cairan diubah menjadi bentuk bubuk dalam beberapa detik. Oleh karena itulah maka kerusakan bahan selama pengolahan sangat kecil karena waktu persentuhan yang sangat singkat. Pengeringan dengan cara ini sangat menguntungkan dimana produk tidak terjadi diskolorasi, oksidasi, dekomposisi, kehilangan flavor, denaturasi protein (Risch, 1995).

2.5.5 Desain Mikrokapsul

Desain mikrokapsul secara umum terbagi ke dalam beberapa ketidakaturan dan klasifikasi yang saling tumpang tindih. Salah satu desain dikenal sebagai matrik enkapsulasi. Pada desain ini, partikel matrik mirip dengan serenteng kacang. Material inti (*core*) ditanam pada kedalaman yang bervariasi didalam material dinding. Tipe mikrokapsul yang paling umum dan paling dikenal adalah model sprikel atau reservoir. Desain ini bentuknya mendekati bentuk telur ayam. Sangat memungkinkan untuk mendesain mikrokapsul yang lain yang mempunyai multi inti (Anonymous, 1999^a).

Penggunaan material inti yang tidak beraturan seperti partikel tanah, membuat dinding yang dihasilkan mengikuti bentuk luar dari partikel yang tidak beraturan tersebut dan menghasilkan mikrokapsul yang tidak beraturan. Desain yang terakhir diketahui adalah multi dinding. Pada desain ini, multi dinding ditempatkan di sekeliling inti untuk mencapai tujuan yang bermacam-macam yang berhubungan dengan pembuatan mikrokapsul, penyimpanan selanjutnya dan mekanisme pengeluaran inti (Anonymous, 1999^b).

Hal yang harus diperhatikan dari keseluruhan proses mikroenkapsulasi adalah meliputi tiga proses terpisah dalam dimensi waktu. Proses pertama terdiri dari pembentukan dinding di sekeliling partikel inti. Proses yang kedua mempertahankan inti tetap berada didalam material dinding. Selain itu, material dinding harus mencegah masuknya material-material yang tidak diharapkan yang dapat merusak inti. Proses yang terakhir perlu diketahui kapan saat yang tepat untuk mengeluarkan inti dengan kecepatan yang tepat pula (Versic, 1988).

Penampakan produk mikrokapsul dapat dilihat pada Gambar 6 dibawah ini.



Gambar 6. Produk Mikrokapsul (a. morfologi permukaan produk mikrokapsul, b. produk mikrokapsul dengan bahan pelapis yang terbuka) (Anonymous, 2003).

3 METODE PENELITIAN

3.1 Materi Penelitian

3.1.1 Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian meliputi minyak hati hiu botol (*Centrophorus squamosus*) yang dibeli dari pengolah minyak di Puger-Jember pada tanggal 19 Oktober 2006 dan dibawa ke Malang yang berjarak ± 200 km, gelatin (teknis), gum arab (teknis), lesitin, *Carboxymethylcellulose* (foodgrade), dan aquades yang dibeli dari Toko Bahan Kimia Sentra Kimia Malang. Bahan-bahan untuk analisa meliputi chloroform, KI 15%, pereaksi Hanus, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N, larutan pati 1%, asam asetat, heksan, etanol, *tissue*, metanol dan petroleum eter.

3.1.2 Peralatan Penelitian

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi *beaker glass* 250 ml, spatula, timbangan analitik, LH-meter, *spray dryer* Buchi 290 dan *High Performance Liquid Chromatography* D-7000.

3.2 Metode Penelitian

Penelitian ini dibagi menjadi dua tahap yaitu (I) dilakukan pengujian terhadap kualitas minyak hati hiu botol (*Centrophorus squamosus*) dan (II) yang dibagi menjadi 2 bagian yaitu (a) mencari stabilitas emulsi tertinggi, (b) pembuatan mikrokapsul dengan *spray dryer* serta pengujian kualitas minyak hati hiu botol dan produk mikrokapsulnya.

3.2.1 Penelitian Tahap I : Pengujian Terhadap Kualitas Minyak Hati Hiu Botol

Penelitian ini menggunakan minyak hati ikan hiu botol yang diuji kualitasnya menggunakan parameter angka iod, bilangan peroksida dan kadar squalene.

3.2.2 Penelitian Tahap Ila : Mencari Stabilitas Emulsi Tertinggi Untuk Dikeringkan Dengan *Spray dryer*

Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan stabilitas emulsi paling tinggi dengan menggunakan konsentrasi minyak yang berbeda. Komposisi enkapsulan yang memiliki stabilitas emulsi paling tinggi diharapkan akan menghasilkan produk mikrokapsul dengan stabilitas yang baik pula. Dalam pembuatan emulsi, penambahan air dilakukan hingga mencapai konsentrasi 10%. Hal ini sesuai dengan Sabrina (2006), bahwa konsentrasi larutan 10% akan menghasilkan viskositas yang sesuai untuk dikeringkan dengan *spray dryer*.

3.2.2.1 Perlakuan dan Rancangan Penelitian

Penelitian ini mengacu pada hasil penelitian Permadi *et al* (2003) yaitu menggunakan enkapsulan gum arab dan gelatin dengan nisbah 75%:25%, lesitin 5%, dan CMC 10%. Sedangkan sebagai bahan inti digunakan minyak hati hiu botol (*Centrophorus squamosus*). Penelitian ini terdiri dari 1 faktor dan 6 taraf perlakuan. Sebagai faktor adalah konsentrasi minyak hati hiu botol dengan 6 perlakuan. Perlakuan yang diberikan yaitu:

A = konsentrasi minyak hati hiu botol 25% (v/v)

B = konsentrasi minyak hati hiu botol 30% (v/v)

C = konsentrasi minyak hati hiu botol 35% (v/v)

D = konsentrasi minyak hati hiu botol 40% (v/v)

E = konsentrasi minyak hati hiu botol 45% (v/v)

F = konsentrasi minyak hati hiu botol 50% (v/v)

Untuk mengetahui komposisi enkapsulan dan bahan inti yang dipakai, lebih jelasnya dapat dilihat melalui Tabel 4 yaitu tabel formulasi enkapsulan dan bahan inti.

Tabel 4. Formulasi Enkapsulan dan Bahan Inti Mikro kapsul

Perlakuan	Enkapsulan (g)		Minyak (g)	Lesitin (g)	CMC (g)	Air (ml)
	Gum arab (g)	Gelatin (g)				
A	45	15	15	0.75	0.075	600
B	45	15	18	0.9	0.09	600
C	45	15	21	1.05	0.105	600
D	45	15	24	1.2	0.12	600
E	45	15	27	1.35	0.135	600
F	45	15	30	1.5	0.15	600

- Ket: - berat minyak = x% dari berat enkapsulan
 - berat lesitin = 5% dari berat minyak
 - berat CMC = 10% dari berat lesitin
 - air yang ditambahkan = hingga konsentrasi larutan mencapai 10%

Berdasarkan perlakuan yang diberikan dalam eksperimen, maka penelitian ini dirancang dengan Rancangan Acak Lengkap sederhana karena media yang digunakan bersifat homogen, artinya keragaman antara satuan percobaan tersebut kecil, sehingga yang mempengaruhi hasil penelitian hanyalah perlakuan dan faktor kebetulan saja (Yitnosumarto, 1993). Ulangan yang dipergunakan sebanyak 3 kali untuk setiap perlakuan. Adapun model rancangan yang digunakan adalah:

$$\begin{aligned}
 Y_{ij} &= \mu_i + \varepsilon_{ij} \\
 &= \mu + (\mu_i - \mu) + \varepsilon_{ij} \\
 &= \mu + \tau_i + \varepsilon_{ij}
 \end{aligned}$$

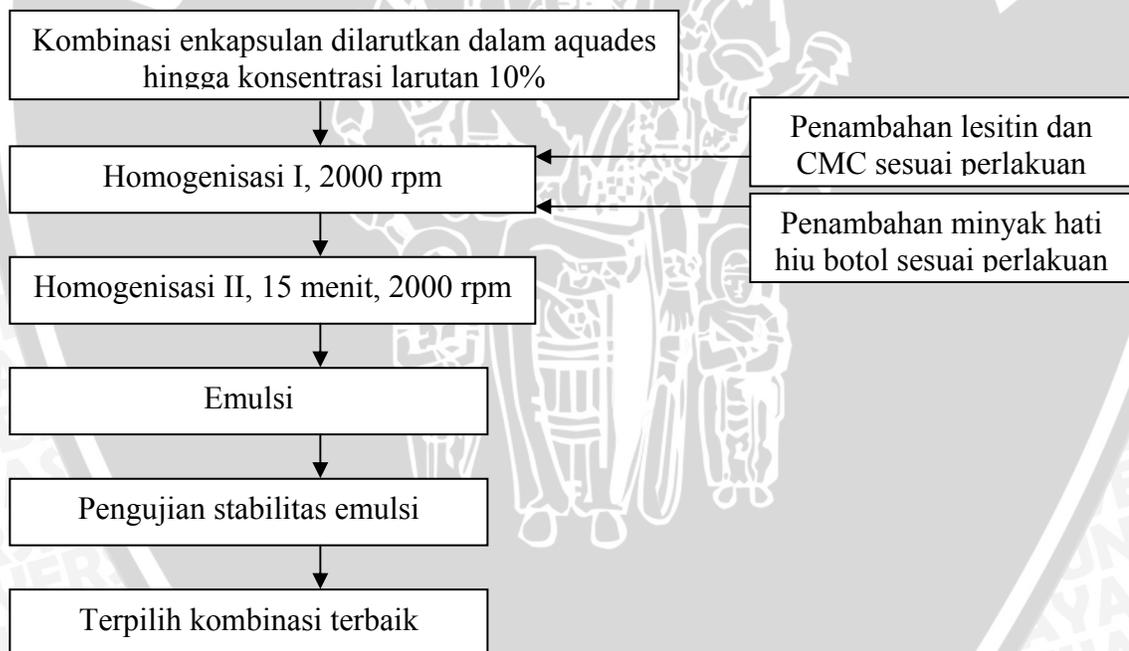
Keterangan:

$$\begin{aligned}
 i &= 1, 2, \dots, t \\
 j &= 1, 2, \dots, r_1
 \end{aligned}$$

3.2.2.2 Prosedur Penelitian

Untuk mengetahui stabilitas emulsi, maka penelitian ini dilakukan dengan menggunakan metode observasi (pengamatan). Dalam hal ini, obyek yang diamati

adalah stabilitas emulsi yang dilakukan setiap 2 jam sekali selama 20 jam. Hal ini sesuai dengan hasil penelitian Permadi *et al* (2003), bahwa emulsi antara bahan penyalut (gum arab 75% dan gelatin 25%) dan minyak lemuru stabil hingga mencapai 28 jam. Emulsi stabil apabila cairan tersebut dapat menahan tanpa mengalami perubahan, untuk waktu yang cukup lama, tanpa butir fase disperse berkumpul satu sama lain atau timbul ataupun mengendap. Kestabilan emulsi diawasi oleh gaya permukaan bidang batas, oleh ukuran butir fase disperse, oleh sifat kekentalan fase tetap dan perbedaan kerapatan oleh kedua fase (Earle, 1982). Prosedur pembuatan emulsi pada penelitian tahap Ila ini mengacu pada penelitian Aroma (2003) dengan modifikasi kecepatan *homogenizer* menurut alur penelitian Sabrina (2006) yang dipaparkan pada Gambar 7.



Gambar 7. Prosedur Pembuatan Emulsi Pada Penelitian Tahap Ila

Pembuatan larutan enkapsulan dilakukan dengan menyiapkan komposisi bahan penyalut gum arab:gelatin=75%:25%. Setelah semua komposisi siap, semuanya dicampurkan dan diaduk rata dengan menggunakan pengaduk kaca, setelah itu

dilarutkan dalam air bersuhu 30-40°C sehingga konsentrasi larutan 10%. Kemudian larutan ditambahkan minyak hati hiu botol yaitu sebesar 25, 30, 35, 40, 45 dan 50% dari berat penyalut. Selanjutnya, menyiapkan lesitin dengan konsentrasi 5% (dihitung dari berat berat minyak) dan CMC dengan konsentrasi 10% dari berat lesitin. Semua bahan diatas ditambahkan sedikit demi sedikit, sambil dihomogenisasi dengan kecepatan 2000rpm (Homogenisasi I). Homogenisasi dilanjutkan hingga 15 menit dengan kecepatan yang sama (Homogenisasi II) dengan menggunakan stirer (Sabrina, 2006).

Menguji kestabilan emulsi dengan cara mendiamkannya dan diamati adanya perubahan atau tidak, sehingga didapatkan kombinasi dengan kestabilan emulsi paling baik. Pengujian dihentikan bila terjadi pemisahan dan waktu terjadi pemisahan dicatat. Lama emulsi ditentukan dengan selisih waktu emulsi terpisah dan waktu mulai terjadi emulsi. Komposisi bahan tersebut akan menjadi sampel untuk penelitian tahap IIb yaitu pembuatan produk mikrokapsul.

3.2.2.3 Parameter Uji

Parameter uji yang digunakan pada penelitian ini adalah lama waktu emulsi.

3.2.3 Penelitian Tahap IIb : Pembuatan Mikrokapsul Dengan *Spray dryer* serta Komparasi Kualitas Minyak Hati Hiu Botol dan Produk Mikrokapsulnya

Penelitian tahap IIb ini bertujuan untuk membuat produk mikrokapsul dengan kombinasi konsentrasi enkapsulan dan minyak dari hasil terbaik penelitian tahap IIa dilanjutkan dengan pengujian kualitas produk mikrokapsulnya untuk dibandingkan dengan bahan mentahnya yaitu minyak hati hiu botol. Waktu yang diperlukan dalam pembuatan mikrokapsul adalah ± 1 jam 15 menit dengan asumsi banyaknya emulsi yang dipakai adalah ± 1 liter.

3.2.3.1 Perlakuan dan Rancangan Penelitian

Penelitian tahap IIB ini dilakukan dengan menggunakan metode deskriptif eksperimental. Perlakuan dalam penelitian ini adalah minyak hati hiu botol dan produk mikrokapsulnya. Rancangan penelitian yang digunakan adalah menggunakan uji beda yaitu uji t sederhana berpasangan dengan 3 kali ulangan untuk tiap perlakuan. Model statistika untuk percobaan ini adalah sebagai berikut:

Tabel 5. Model Statistika Rancangan Percobaan

	Minyak hati hiu botol			Produk mikrokapsul		
	1	2	3	1	2	3
$\sum x$						
N						
\bar{X}						
$\sum x^2$						

$$Sd^2 = S_1^2 + S_2^2$$

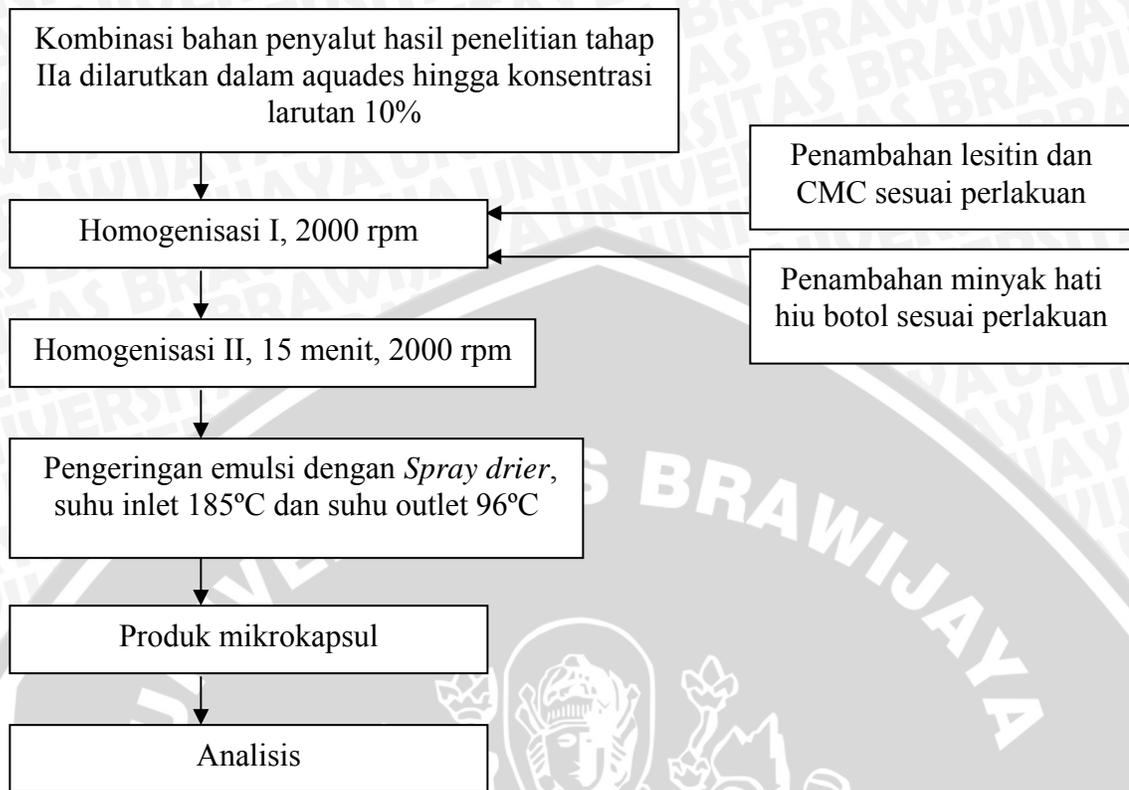
$$S^2 = \sum x^2 - (\sum x / n)$$

$$SEd = Sd \sqrt{1/n_1 + 1/n_2}$$

$$t \text{ hitung} = \frac{\chi_1 - \chi_2}{SEd}$$

3.2.3.2 Prosedur Penelitian

Hasil terpilih dari penelitian tahap IIA yaitu perbandingan komposisi bahan penyalut, lesitin, CMC dan konsentrasi minyak hati hiu botol akan digunakan menjadi sampel untuk pembuatan produk mikrokapsul. Prosedur penelitian tahap IIB ini merupakan modifikasi dari penelitian Aroma (2003) dan Sabrina (2005) yang dipaparkan pada Gambar 8.



Gambar 8. Prosedur Penelitian Tahap IIb

Komposisi enkapsulan dan konsentrasi minyak terpilih dibuat emulsinya untuk selanjutnya dikeringkan dengan menggunakan *spray dryer* dengan suhu masuk 185°C dan suhu keluar 96°C. Produk mikrokapsul yang dihasilkan kemudian dianalisis untuk mengetahui mutunya.

3.2.3.3 Parameter Uji

Parameter uji pada penelitian tahap II ini meliputi angka iod, bilangan peroksida, kadar squalene, daya serap uap air mikrokapsul, kadar air, rendemen mikrokapsul, dan efisiensi enkapsulasi.

3.3 Prosedur Parameter Uji

3.3.1 Angka Iod (AOAC, 1990)

Bilangan iod mencerminkan ketidakjenuhan asam lemak penyusun minyak. Asam lemak tidak jenuh mampu mengikat iod dan membentuk senyawa yang jenuh. Banyaknya iod yang diikat menunjukkan banyaknya ikatan rangkap. Bilangan iod dinyatakan sebagai banyaknya gram iod yang diikat oleh 100 gram minyak.

$$\text{Bilangan iod} = \frac{(v_b - v_s) \times N \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 12,69}{\text{Sampel (gram)}}$$

dimana: v_s = volume sampel (ml)

v_b = volume blanko (ml)

N = normalitas

Prosedurnya adalah sebagai berikut:

1. Timbang 0,1-0,5 gram sampel minyak dari ekstraksi mikrokapsul, kemudian dilarutkan dalam 10 ml chloroform dalam erlenmeyer bertutup.
2. Tambahkan 25 ml pereaksi Hanus dan selama 1 jam dibiarkan di tempat gelap.
3. Tambahkan 10 ml larutan KI 15%, kocok.
4. Titrasi dengan larutan standar $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N sampai warna kuning iod hampir hilang.
5. Tambahkan 2 ml larutan pati 1% sebagai indikator, titrasi dilanjutkan sampai warna biru hampir hilang, titrasi dihentikan.
6. Buat blanko pada penetapan sampel.

Cara pembuatan pereaksi Hanus:

1. Larutkan 13,2 gram iod dalam 1L asam asetat glasial.
2. Tambahkan sedikit asam asetat glasial hangat ke dalam iod.

Jika seluruh iod sudah larut dan larutan sudah dingin, tambahkan Brom secukupnya biasanya 2 ml cukup.

3.3.2 Bilangan Peroksida (Sudarmadji *et al*, 1998)

Penentuan bilangan peroksida dilakukan dengan metode titrasi. Prinsipnya mereaksikan peroksida dalam minyak dengan KI. Iod yang terbentuk dari reaksi ini besarnya sama dengan ekuivalen peroksida. Untuk mengetahui besarnya iod, maka iod yang terbentuk direaksikan dengan natrium thiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$). Reaksi yang terjadi oleh Mandhavi *et al* (1996) dijelaskan sebagai berikut:



Besarnya bilangan peroksida ditentukan dengan rumus sebagai berikut:

$$\text{Angka peroksida (meq/kg)} = \frac{V \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times N \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 1000}{\text{Berat sampel (gram)}}$$

dimana: V = volume (ml)

N = normalitas

Prosedur adalah sebagai berikut:

1. Timbang 5 gram sampel minyak yang telah diekstrak dari mikro kapsul dalam Erlenmeyer 250 ml tertutup, ditambahkan 30 ml asam asetat : chloroform (3 : 2)
2. Tambahkan 0,5 ml larutan KI jenuh.
3. Diamkan selama 1 menit, goyang. Tambahkan 30 ml aquades.
4. Titrasi dengan 0,1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ sampai warna kuning hampir hilang. Tambahkan 0,5 ml larutan pati 1%. Lanjutkan titrasi sampai warna biru hilang.

5. Angka peroksida dapat dihitung dalam mili equivalen dari peroksida dalam setiap 1000 gram sampel.

3.3.3 Kadar Squalene (Rothblat *et al*, 1962)

Squalene adalah senyawa hidrokarbon yang banyak ditemukan dalam minyak hati hiu. Analisis ini dilakukan untuk mengetahui kadar squalene pada minyak hati hiu khususnya *Centrophorus squamosus*. HPLC adalah singkatan dari High Performance Liquid Chromatography, yang diterjemahkan menjadi Kromatografi Cair Kinerja Tinggi. Namun demikian, istilah yang biasa digunakan adalah Kromatografi Cair Tekanan Tinggi (KCTT). Dalam HPLC, bagian alat yang memegang peran yang sangat penting adalah kolom. Setelah sampel terpisah-pisah dan keluar dari kolom, maka komponen sampel akan masuk ke dalam suatu detektor. Detektor akan mengukur kadar masing-masing komponen yang responnya akan diolah oleh prosesor dan ditampilkan oleh rekorder berupa suatu kromatogram.

HPLC dioperasikan dengan suatu sistem kontrol yang mengendalikan semua komponen, pompa, oven kolom, sistem injeksi, detektor, prosesor dan printer. Jika semua parameter sudah di set, solvent (phase gerak) sudah disiapkan cukup, alat ini dapat melakukan analisis sendiri, hasilnya akan muncul dalam kromatogram termasuk perhitungan luas masing-masing puncak kromatogram.

3.3.4 Daya Serap Uap Air (Yuwono dan Susanto, 1998)

Pengujian daya serap uap air sangat penting terutama untuk produk yang mempunyai kadar air relatif rendah (lebih rendah dari 14%). Pengujian ini ditujukan untuk mengetahui sifat pangan estela dikontakkan dengan udara yang biasanya mempunyai kadar air relatif tinggi. Pada mikrokapsul, hal ini berhubungan dengan daya

larutnya yang menunjukkan semakin tinggi kemampuan menyerap air, semakin mudah mikrokapsul untuk hancur.

Prinsip dasar:

Mengukur perubahan berat bahan estela dikontakkan dengan uap air pada waktu tertentu dengan bentuk dan usuran yang sama.

Prosedur pengujian:

1. Menyiapkan toples kaca yang diisi air dari setengah tingginya.
2. Sampel ditimbang sebanyak 1 gram dan dibungkus dalam kertas *tissue* yang telah diketahui berat konstannya dan diikat dengan benang jahit.
3. Sampel yang telah diikat tersebut digantung dalam toples kaca yang telah diisi air. Sampel tidak boleh kontak dengan air, kemudian toples ditutup rapat.
4. Setelah 4 jam sampel diambil dan ditimbang. Perhitungan:

$$\text{Penyerapan uap air} = \frac{\text{beratakhir} - \text{beratawal}}{\text{beratawal}} \times 100\%$$

3.3.5 Kadar Air (AOAC, 1990)

Metode yang digunakan untuk penentu kadar air yaitu metode Gravimetri. Kadar air dihitung dengan cara memanaskan sampel dalam oven pada suhu 105°C selama 30 menit, kemudian sampel dimasukkan desikator dan ditimbang, dipanaskan lagi hingga didapat berat konstan. Sampel dianggap konstan jika selisih penimbangan sampel sebesar 0,0008. Pengurangan berat merupakan hilangnya sejumlah air bahan. Besarnya kadar air dihitung dengan persamaan berikut:

$$\text{Kadar air} = \frac{W_1 - W_2}{W_2} \times 100\%$$

dimana: W_1 = berat botol timbang, tutup dan sampel basah

W_2 = berat botol timbang, tutup dan sampel kering

Prosedurnya adalah sebagai berikut:

1. Timbang 1-2 gram sampel dalam botol timbang yang telah diketahui beratnya.
2. Keringkan dalam oven suhu 105°C selama 3-5 jam. Dinginkan dalam desikator selama 30 menit, oven lagi sampai didapat berat konstan (selisih penimbangan 0,0008).

Pengurangan berat merupakan banyaknya air dalam sampel.

3.3.6 Rendemen Mikrokapsul (Ahza dan Slamet, 1997)

Rendemen merupakan persentase total produk yang dihasilkan setelah dikeringkan dibanding total bahan baku sebelum dikeringkan. Rendemen dapat dihitung dengan persamaan sebagai berikut:

$$\text{Rendemen} = \frac{\Sigma \text{ bahan jadi}}{\Sigma \text{ bahan baku}} \times 100\%$$

Prosedurnya adalah sebagai berikut:

1. Catat total berat bahan sebelum dikeringkan.
2. Hitung total berat bahan setelah dikeringkan.

Persentase perbandingan berat akhir dan berat awal merupakan rendemen mikrokapsul.

3.3.7 Efisiensi Enkapsulasi (Komari, 1994)

Prinsip efisiensi enkapsulasi yaitu menghitung minyak yang terkapsulkan dibandingkan dengan minyak yang ditambahkan. Hal ini dilakukan dengan mengekstrak minyak secara langsung dengan pelarut chloroform : methanol (2:1 v/v). Sampel kering dari analisa kadar air diekstrak dengan pelarut tersebut dan dibiarkan semalam hingga semua lemak dalam mikrokapsul terekstrak. Pelarut kemudian diuapkan pada suhu

105°C. Efisiensi pengkapsulan minyak ikan dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$EE = \frac{\text{BMI dalam mikrokapsul}}{\text{BMI yang diproses}} \times 100\%$$

dimana: BMI = berat minyak ikan

EE = efisiensi enkapsulasi

Prosedurnya adalah sebagai berikut:

1. Menimbang 5 gram mikrokapsul kering (W1) dari analisa kadar air dan membilasnya dengan petroleum eter untuk mencuci minyak permukaan yang tidak terkapsulkan.
2. meng-oven mikrokapsul yang telah dibilas tersebut hingga diketahui berat konstannya (W2)
3. Mikrokapsul dilarutkan dalam chloroform : methanol (2 : 1 / v : v) dan dibiarkan semalam hingga semua minyak terekstrak.
4. Larutan disaring dengan kertas saring yang telah diketahui berat konstannya.
5. Oven residu dan kertas saring pada suhu 105°C hingga berat konstan (W3).
6. Mencari jumlah minyak awal (berat minyak yang diproses) (W4) dengan cara mencari selisih W1-W3
7. Mencari berat minyak dalam mikrokapsul (W5) dengan cara mencari selisih antara W2-W3
8. Menghitung efisiensi enkapsulasi minyak ikan dengan cara $\frac{W5}{W4} \times 100\%$

3.3.8 Stabilitas Emulsi (Yuwono dan Susanto, 1998)

Stabilitas emulsi dihitung berdasarkan tinggi volume endapan yang terbentuk dibandingkan dengan volume cairan. Ambil 5 ml emulsi, masukkan ke dalam tabung reaksi. Biarkan selama 24 jam. Ukur tinggi endapan dan tinggi emulsi tiap 2 jam. Dicatat lama waktunya dan kapan pertama kali terjadi pemisahan. Perhitungan:

$$\text{Stabilitas emulsi (\%)} = \frac{\text{tinggi emulsi (cm)} - \text{tinggi endapan (cm)}}{\text{tinggi emulsi (cm)}} \times 100\%$$

3.4 Analisis Data

Data hasil pengujian masing-masing perlakuan pada setiap tahap penelitian kemudian dianalisa dengan program Minitab 13.



4 HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Penelitian Tahap I : Pengujian Terhadap Kualitas Minyak Hati Hiu Botol

Penelitian tahap I ini bertujuan untuk mengetahui kualitas awal minyak hati hiu botol (*Centrophorus squamosus*) dengan menggunakan parameter angka iod, bilangan peroksida dan kadar squalene-nya, sebelum diberi perlakuan pengeringan dengan menggunakan *Spray dryer*. Hasil dari penelitian tahap I ini nantinya akan dibandingkan dengan hasil penelitian tahap Iib, yaitu dibandingkan dengan hasil analisis produk mikrokapsulnya. Pada Tabel 6 akan ditunjukkan hasil penelitian Tahap I, yaitu kualitas minyak hati hiu botol (*Centrophorus squamosus*)

Tabel 6. Hasil pengamatan kualitas minyak hati hiu botol (*Centrophorus squamosus*)

Parameter	Hasil penelitian	Pembanding*
Angka Iod	68,03 meq/kg	99,84±0,86 meq/kg
Bilangan Peroksida	3,63 meq/kg	5,5±0,19 meq/kg
Kadar Squalene	95,941%	658,00±3,68 mg/g

Ket: * Melan (1995)

4.1.1 Angka 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, yang biasa disebut angka iod (Ketaren, 1986). Angka iod merupakan parameter untuk menentukan tingkat ketidakjenuhan minyak, semakin tinggi angka iod semakin tidak jenuh minyak tersebut atau semakin tinggi mutu minyak. Hasil perhitungan rerata nilai angka iod pada minyak

hati hiu botol (*Centrophorus squamosus*) sebesar 68,03 meq/kg. Hasil tersebut apabila dibandingkan dengan hasil penelitian Melan (1995) pada minyak yang sama, angkanya berkisar $99,84 \pm 0,86$ meq/kg, sehingga dapat dikatakan angka iod hasil penelitian ini lebih rendah dari kisaran tersebut. Namun apabila dibandingkan dengan hasil penelitian Aroma (2003) pada minyak ikan tuna dengan angka iod sebesar 17,20 meq/kg, hasil dari penelitian ini jauh lebih tinggi.

Hal ini bisa diduga karena proses ekstraksi minyak hati hiu itu sendiri. Diketahui bahwa proses ekstraksi yang dilakukan adalah dengan cara pemanasan langsung dibawah sinar matahari yang dapat menyebabkan rusaknya vitamin dalam minyak dan terjadinya reaksi autooksidasi. Autooksidasi adalah kerusakan pada minyak apabila pemanasan terjadi dengan suhu tidak lebih dari 100°C . Menurut Ketaren dan Bambang Djatmiko (1976), dikatakan bahwa cahaya merupakan akselerator terhadap timbulnya proses oksidasi sedangkan kombinasi oksigen dan cahaya juga dapat mempercepat terjadinya proses oksidasi.

Dari hasil pengamatan angka iod dan perbandingan dengan kedua penelitian yang berbeda diduga kondisi minyak hiu botol sebelum mengalami perlakuan pengeringan dengan *Spray dryer* masih dalam kondisi baik. Hasil perhitungan rerata angka iod dapat dilihat pada Lampiran 1.

4.1.2 Bilangan Peroksida

Menurut Winarno (1992), bilangan peroksida merupakan salah satu metode uji ketengikan dan dapat digunakan sebagai ukuran terjadinya oksidasi lemak atau minyak sehingga dapat digunakan sebagai penilaian terhadap kualitas atau kerusakan lemak atau minyak. Hasil analisa bilangan peroksida pada minyak hati hiu botol (*Centrophorus*

squamosus) sebesar 3,63 meq/kg. Hasil tersebut apabila dibandingkan dengan hasil penelitian Aroma (2003) pada minyak tuna yang bilangan peroksidanya sebesar 100,70 meq/kg, dapat dikatakan bilangan peroksida minyak hati hiu botol ini jauh lebih rendah dari nilai tersebut. Minyak kaya asam lemak Omega-3 hasil penelitian yang dilakukan oleh Sabrina (2006) memberikan bilangan peroksida sebesar 7,5786 meq/kg dan jika dibandingkan dengan standar minyak menurut Stansby (1970) dimana bilangan peroksida maksimal 20 meq/kg, dapat diduga bahwa minyak hati hiu botol ini masih dalam kondisi baik. Bilangan peroksida yang relatif kecil ini disebabkan hidroperoksida yang lebih dulu terbentuk sudah terdekomposisi menjadi produk oksidasi sekunder seperti senyawa aldehid. Hasil perhitungan bilangan peroksida dapat dilihat pada Lampiran 1.

Keberadaan peroksida dalam minyak hati hiu botol diduga berasal dari proses ekstraksi. Kondisi tersebut mendorong terjadinya reaksi oksidasi pada minyak karena dilakukan secara alamiah dengan bantuan sinar matahari. Kemungkinan yang lain adalah telah terjadi kontak antara minyak dengan oksigen. Hal tersebut sesuai dengan Ketaren (1986) dan Winarno (1990) yang menyatakan bahwa faktor-faktor yang dapat mempercepat reaksi oksidasi adalah 1). Radiasi, panas dan cahaya 2). Bahan pengoksidasi (*oxidizing agent*) misal peroksida, ozon, asam nitrat dan beberapa senyawa organik nitro dan aldehid aromatik 3). Katalis metal khususnya garam dari beberapa macam logam berat seperti Cu, Fe, Co dan Mn.

Selama minyak disimpan juga dapat menyebabkan perubahan sifat minyak (Stansby, 1967). Perubahan tersebut adalah hidrolisis senyawa gliserida dengan menghasilkan asam lemak bebas dan terjadinya reaksi antara senyawa gliserida tidak jenuh dengan oksigen sehingga menghasilkan senyawa yang berbau tengik. Menurut

Hirano and Olcott (1971), terdapat dua faktor yang mempengaruhi reaksi oksidasi yaitu katalisator dan antioksidan, sehingga dapat dikatakan bahwa daya simpan minyak hati ikan sangat tergantung kepada ada tidaknya kedua faktor tersebut. Semua minyak termasuk minyak hati ikan hiu yang diperoleh dari bahan mentah telah mengandung sejumlah kecil antioksidan. Sedangkan yang bertindak sebagai katalisator disini antara lain adalah logam berat. Diketahui pula bahwa minyak hati ikan diperoleh dari bahan yang kaya pigmen darah, yang kini diketahui sebagai katalisator oksidasi minyak yang paling aktif.

4.1.3 Kadar Squalene

Analisa kadar squalene ini menggunakan *High Performance Liquid Chromatography* (HPLC) D-7000. Setelah diekstrak dan dilakukan kristalisasi fraksional, squalene dianalisa pada kolom C18 berisi silika gel (250 x 4 mm, 6 μ m) menggunakan methanol, heksan, serta air dengan isocratic sebagai fase geraknya. Hasil yang didapat adalah kadar squalene sebesar 95,941% dengan waktu retensi 44,83 menit.

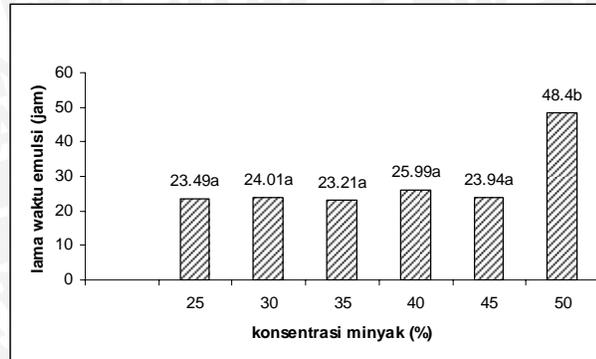
Identifikasi dengan HPLC diperoleh tiga puncak dengan satu puncak tertinggi yang bisa diidentifikasi sebagai squalene. Puncak kedua diidentifikasi sebagai heksan (yang merupakan bahan ekstraksi minyak) sebesar 3,721% dengan waktu retensi 8,29 menit dan terakhir yang bisa diidentifikasi adalah asam lemak sebesar 0,338% dengan waktu retensi 27,20 menit. Diduga asam lemak tersebut berasal dari rantai panjang squalene yang terurai akibat reaksi autooksidasi. Hasil analisa tersebut dapat dilihat pada Lampiran 1 sedangkan hasil identifikasi menggunakan HPLC dapat dilihat pada Lampiran 11.

Pada analisa ini tidak digunakan squalene baku sebagai standard melainkan squalene isolat hasil penelitian Budiatin (1999). Hal ini dikarenakan ada beberapa faktor penghambat yang tidak memungkinkan untuk mendapatkan squalene baku. Hasil dari penelitian tersebut adalah squalene isolat identik dengan squalene baku. Hal ini ditunjukkan dengan hasil identifikasi squalene isolat dengan squalene baku menggunakan Kromatografi Lapisan Tipis (KLT), spektroskopi Infra Merah (IR), Kromatografi Gas-Spektroskopi Massa (GC-MS) dan spektroskopi Resonansi Magnetik Inti (RMI) yang keseluruhannya menyatakan bahwa squalene isolat identik dengan squalene baku. Atas dasar hal tersebut dalam penelitian ini yang digunakan sebagai standard adalah squalene isolat hasil penelitian Budiatin (1999), bukan squalene baku.

4.2 Hasil Penelitian Tahap IIA : Mencari Stabilitas Emulsi Tertinggi Untuk Dikeringkan Dengan *Spray dryer*

Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan emulsi dengan stabilitas tertinggi untuk dikeringkan dengan *spray dryer*. Emulsi dapat dikatakan baik dan stabil apabila emulsi tersebut dapat bertahan diatas 6 jam. Penentuan waktu emulsi minimal 6 jam ini didasarkan pada kemampuan *spray dryer* mengeringkan 600 ml emulsi minyak menjadi mikrokapsul yang membutuhkan waktu minimal 6 jam (Sabrina, 2006). Hasil penelitian akan ditampilkan pada Lampiran 2.

Untuk mencari stabilitas emulsi tertinggi, parameter yang digunakan adalah lama waktu emulsi bertahan. Perhitungan sidik ragam terhadap data lama waktu emulsi (Lampiran 5) menunjukkan adanya pengaruh nyata ($\alpha=0,05$) perlakuan penambahan konsentrasi minyak yang berbeda terhadap kestabilan emulsi. Uji lanjut terhadap data lama waktu emulsi (Lampiran 3) dengan menggunakan Uji Jarak Duncan (UJD) dapat dilihat pada Gambar 9.



Gambar 9. Grafik Hasil Pengujian Emulsi

Pada tahap ini enkapsulan yang digunakan adalah gum arab dan gelatin dengan nisbah 75%:25%, lesitin 5%, dan CMC 10%. Berdasarkan hasil uji lanjut terhadap data waktu emulsi (Lampiran 3), didapatkan perlakuan minyak 25%, 30%, 35%, 40% dan 45% tidak berbeda nyata satu sama lain, namun berbeda dengan perlakuan minyak 50%. Kelima perlakuan tersebut memiliki stabilitas yang tidak berbeda yaitu berkisar 23 jam 21 menit hingga 26 jam 39 menit. Hal ini diduga disebabkan oleh depolimerisasi enkapsulan pada pH yang sangat rendah terutama gelatin oleh bakteri yang mengasamkan sistem emulsi.

Pada perlakuan konsentrasi minyak 50% yang menghasilkan stabilitas emulsi tertinggi diduga disebabkan pada konsentrasi tersebut terbentuk emulsi enkapsulan dan minyak yang baik sehingga mampu bertahan selama 48 jam 40 menit. Emulsi ini terjadi karena adanya tarik menarik secara elektrostatis. Tarik menarik ini dimungkinkan karena pH sistem emulsi yang diduga berada dibawah titik isoelektriknya. Rendahnya pH ini disebabkan pH gelatin dan gum arab yang asam (4,5-5).

Konsentrasi gelatin yang lebih rendah daripada konsentrasi gum arab menghasilkan viskositas larutan yang sesuai untuk terjadinya emulsi. Gum arab pada sistem ini dapat memperbaiki sifat gel dari gelatin sehingga semakin menambah

kekompakan gel larutan, selain itu gum arab pun menstabilkan sistem emulsi ini karena sifatnya yang dapat berfungsi sebagai penstabil emulsi (Aroma, 2003). Disamping itu juga disebabkan jumlah minyak yang terdapat dalam emulsi sebesar 50% cenderung memberikan stabilitas yang tinggi (Permadi *et al*, 2003).

Pemakaian konsentrasi enkapsulan ini sesuai dengan penelitian Sheu dan Rosenberg (1995) bahwa untuk membuat emulsi yang baik pada pembuatan mikrokapsul *spray drier etyl caprilate* dibuat perbandingan protein-karbohidrat yang diwakili oleh *Whey Protein Isolate* dan maltodekstrin sebanyak 1:1, 1:9, 1:19. Pada sistem emulsi ini protein akan berperan sebagai *emulsifier* dan agen pembentuk film dimana karbohidrat berperan sebagai material pembentuk matrik, sehingga dihasilkan viskositas penyalut yang rendah sehingga efisien dalam proses pengeringannya.

Penggunaan *emulsifier* lesitin juga memberikan pengaruh yang baik pada kestabilan emulsi. Hal ini diduga karena lesitin yang bersifat lipofilik (HLB 3) ditarik oleh droplet minyak yang juga bersifat lipofilik sehingga dapat melapisinya dengan baik. Droplet-droplet minyak yang terlapisi lesitin dengan baik akan terhindar dari saling bertumbukan sehingga droplet minyak tidak mudah menyatu (Permadi *et al*, 2003).

CMC juga memberikan pengaruh pada kestabilan emulsi. Dengan pemberian CMC sebesar 10% dapat memberikan kestabilan yang tinggi. Tingginya stabilitas emulsi diduga karena CMC meningkatkan viskositas sistem emulsi. Peningkatan viskositas diduga karena gugus karboksil yang terdapat pada molekul CMC bersifat dapat mengikat air sehingga meningkatkan viskositas pada fase cair. Viskositas yang tinggi menurunkan pergerakan droplet minyak dan membantu mencegah penggabungan droplet minyak (Permadi *et al*, 2003).

Stabilitas emulsi juga dipengaruhi oleh konsentrasi minyak yang digunakan. Apabila konsentrasi minyak yang digunakan jauh dibawah kemampuan enkapsulan dalam menyalutnya, maka dalam emulsi akan terdapat sisa enkapsulan yang dengan sendirinya hanya bercampur dengan fase kontinyu tanpa dapat menyalut minyak. Hal ini bisa dilihat dari gambar emulsi pada Lampiran 4. Pada gambar tersebut tampak bahwa pada bagian bawah emulsi merupakan gabungan pelarut-enkapsulan, sedangkan bagian atas merupakan gabungan minyak-enkapsulan. Bagian bawah emulsi merupakan enkapsulan sisa yang tidak dapat menyalut minyak. Hal ini disebabkan gum arab merupakan turunan karbohidrat dimana lebih banyak mengandung gugus hidroksil (OH) yang bersifat hidrofilik, dibanding gugus karboksil (-CH-) yang bersifat lipofilik (Ketaren, 1986). Pada Gambar 10 akan ditampilkan satu droplet emulsi dengan perbesaran 1000x.



Gambar 10. Satu droplet emulsi dengan perbesaran 1000x

Hal lain yang mendukung, diduga protein dari gelatin merupakan protein yang bersifat hidrofobik sehingga memiliki kecenderungan untuk lebih banyak berikatan dengan fase minyak (non polar) yang memberikan fenomena enkapsulan tetap berada dipermukaan emulsi bersama minyak. Dengan konsentrasi minyak terbesar yaitu 50% dari enkapsulan, maka hasil penelitian ini sesuai dengan penelitian Sabrina (2006) yaitu

dengan meningkatnya rasio minyak, protein akan semakin banyak mengikat bahan inti sehingga air dalam bahan terdorong keluar dari sistem. Hal ini didukung oleh pernyataan Aroma (2003), bahwa semakin banyak jumlah minyak yang ditambahkan maka semakin banyak globula minyak yang harus dilapisi oleh bahan penyalut. Pada titik tertentu, bahan penyalut tidak akan mampu melapisi seluruh globula minyak.

Pada perlakuan konsentrasi minyak 50% yang merupakan perlakuan dengan stabilitas emulsi tertinggi yaitu 48 jam 40 menit, diduga karena pada perlakuan ini konsentrasi dan komposisi bahan penyalut, konsentrasi minyak dan pelarutnya tepat sehingga menghasilkan stabilitas emulsi yang baik dan dapat bertahan hingga pengeringan di *spray dryer* selesai. Selain itu, diduga penyalut yang digunakan sesuai dengan minyak hati hiu botol sebagai inti mikrokapsul. Hal ini sesuai dengan pendapat Weber and Ayes-Price (1998) bahwa persyaratan untuk memperoleh rendemen yang tinggi adalah ditentukan oleh jenis bahan penyalut yang secara teknis harus sesuai dengan bahan inti mikrokapsul, pelarut yang sesuai dengan penyalut serta kualitas emulsi yang baik. Pendapat ini didukung oleh Kirk and Othmer (1979) yakni penyalut yang sesuai dengan inti ini diartikan sebagai penyalut tersebut mampu meng-gel-kan fase kontinyu yaitu air dan menyediakan daya tolak pada permukaan minyak atau air dan menjaga jarak antara minyak dan air sehingga proses koalesensi pada sistem emulsi dapat dicegah. Koalesensi ialah bergabungnya dua atau lebih butiran menjadi butiran yang lebih besar akibat pecahnya film pembatas butiran dan keadaan ini akan didahului dengan terbentuknya koagulasi partikel (Hartomo dan Widiatmoko, 1993).

Pada komposisi yang digunakan dalam penelitian ini (gum arab:gelatin=75%:25%, lesitin 5% dan CMC 10%) serta minyak yang ditambahkan (50% dari enkapsulan), terjadi pembentukan polimer penyalut yaitu polimer yang

terbentuk dari polimer gelatin dan gum arab. Mekanisme pembentukannya terjadi melalui dua tahap yaitu ikatan hidrogen dan ikatan ionik (elektrostatik). Ikatan hidrogen antara keduanya terjadi dengan difasilitasi oleh air, dimana kedua enkapsulan tersebut larut dalam air sedangkan ikatan ion terjadi dengan mekanisme perubahan pH gelatin. Menurut Anonymous (2000^a), pada pH dibawah titik isoelektrik, gelatin akan bermuatan positif dan gum arab akan bermuatan negatif sehingga akan terjadi tarik menarik secara elektrostatik. Rendahnya pH ini disebabkan pH gelatin dan gum arab yang asam (4,5-5). Pendapat ini didukung oleh Pawlowsky and Dickinson (1997) tentang interaksi protein dan karbohidrat yang menyatakan interaksi keduanya terjadi pada saat globula protein bermuatan positif atau pH dibawah titik isoelektrik (pH 4,8), sehingga polimer penyalut baru terbentuk.

Perlakuan pemberian konsentrasi minyak yang menghasilkan kestabilan emulsi paling lama adalah hasil yang diinginkan pada penelitian ini, sehingga pada penelitian berikutnya (pembuatan mikrokapsul), akan digunakan perlakuan gum arab:gelatin dengan perbandingan 75%:25%, lesitin 5% dan CMC 10% serta konsentrasi minyak hati hiu botol sebesar 50%.

4.3 Hasil Penelitian Tahap Iib: Pembuatan Mikrokapsul Dengan *Spray dryer* serta Komparasi Kualitas Minyak Hati Hiu Botol dan Produk Mikrokapsulnya

Hasil terbaik dari penelitian tahap Iia yaitu konsentrasi minyak 50% yang disalut oleh enkapsulan dengan komposisi gum arab:gelatin sebesar 75%:25%, lesitin 5% dan CMC 10% akan dikeringkan dengan *spray dryer* dengan suhu inlet 185°C dan suhu outlet 98°C. Hasil pengeringan dengan *spray dryer* yang berupa serbuk mikrokapsul minyak hati hiu botol dan serbuk mikro yang difoto dengan perbesaran 1000x akan disajikan pada Gambar 11 dan Gambar 12.



Gambar 11. Serbuk mikrokapsul minyak hati hiu botol (*Centrophorus squamosus*)



Gambar 12. Foto produk mikrokapsul dengan perbesaran 1000x

Pada Tabel 7 akan ditampilkan hasil analisis produk mikrokapsul minyak hati hiu botol (*Centrophorus squamosus*) dengan stabilitas emulsi terbaik setelah dikeringkan dengan menggunakan *spray dryer*.

Tabel 7. Hasil Analisis Produk Mikrokapsul Minyak Hati Hiu Botol

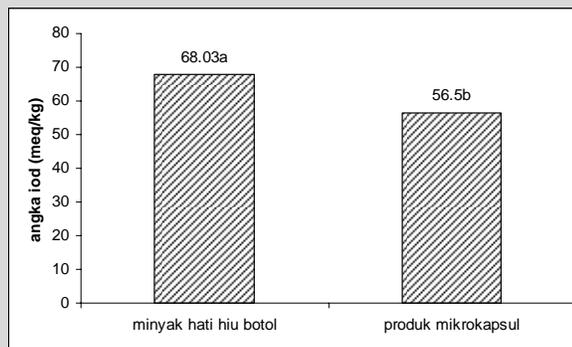
Parameter	Rerata Nilai	Pembanding
Angka Iod (meq/kg)	56,5	68,03 ^a
Bilangan Peroksida (meq/kg)	46,56	3,63 ^a
Kadar Squalene (%)	56,383	95,941 ^a
Kadar Air (%)	0,62	7,82 ^b
Daya Serap Uap Air Mikrokapsul (%)	11,9	9,78 ^b
Rendemen Mikrokapsul (%)	34,37	98,21 ^b
Efisiensi Enkapsulasi (%)	78,67	71,90 ^b

Keterangan: a : hasil penelitian Tahap I (Pengujian kualitas minyak hati hiu botol)

b : hasil penelitian Aroma (2003) (Mikroenkapsulasi minyak ikan tuna)

4.3.1 Angka Iod

Angka iod merupakan angka yang menunjukkan tingkat ketidakjenuhan dari minyak ikan (Ketaren, 1986). Gliserida dengan ketidakjenuhan tinggi akan mengikat iod yang lebih besar. Hasil penelitian menunjukkan rerata nilai angka iod untuk minyak hati hiu botol (*Centrophorus squamosus*) sebesar 68,03 meq/kg dan untuk produk mikrokapsulnya sebesar 56,5 meq/kg. Dibandingkan dengan angka iod bahan baku, angka iod pada produk mengalami penurunan sebesar 16,95%. Rerata angka iod dari dua bahan tersebut disajikan pada Gambar 13.



Gambar 13. Rerata Angka Iod Minyak Hati Hiu Botol Dan Produk Mikrokapsulnya

Hasil analisa uji t (tingkat signifikansi 5%) menunjukkan perlakuan mikroenkapsulasi memberikan pengaruh yang berbeda nyata pada angka iod yang ditunjukkan dengan nilai $p < 0,05$ (Lampiran 5). Ada beberapa faktor yang dapat mempengaruhi hal ini antara lain ikatan rangkap dalam minyak telah mengalami autooksidasi dan suhu tinggi selama proses pengeringan dengan *spray dryer*.

Apabila dibandingkan dengan hasil penelitian Aroma (2003) dan Suparmi (2001) pada mikroenkapsulasi minyak ikan tuna yang menghasilkan angka iod sebesar masing-masing 117,93 meq/kg dan 93,35 meq/kg, hasil penelitian ini jauh lebih rendah. Ikatan rangkap yang terdapat pada asam lemak tak jenuh akan bereaksi dengan iod atau

senyawa iod. Besarnya jumlah iod yang diserap menunjukkan banyaknya ikatan rangkap atau ikatan tidak jenuh. Rendahnya angka iod pada penelitian ini menunjukkan telah banyak ikatan rangkap yang telah teroksidasi, sehingga ikatan rangkap yang menyerap iod lebih sedikit (Ketaren, 1986). Hal ini bisa diduga karena adanya proses pemanasan saat pengeringan pada *spray dryer*. Suhu pengeringan yang digunakan juga bisa menjadi faktor tingginya daya serap uap air pada mikrokapsul minyak hati hiu botol ini. Suhu yang digunakan pada saat pengeringan adalah 185°C. Tingginya suhu ini menyebabkan kadar air dalam bahan bernilai rendah yang menyebabkan bahan bersifat sangat higroskopis. Tingginya suhu yang dipakai dapat menyebabkan terjadinya reaksi autooksidasi dan oksidasi thermal. Setiap kenaikan suhu 10°C maka reaksi oksidasi akan berlangsung dua kali lebih cepat (Ketaren, 1986).

Angka iod pada produk mikrokapsul diduga dipengaruhi oleh sifat bahan penyalut. Konsentrasi gum arab yang besar dan kombinasinya dengan gelatin seharusnya mampu melindungi produk dari oksidasi. Disebutkan bahwa dengan penggunaan gum arab pada proses mikroenkapsulasi akan mampu membentuk busa, sehingga minyak akan terperangkap dan jika dipanaskan akan terbentuk lapisan film yang protektif disekitar bahan inti (Kirk and Othmer, 1980). Film yang dibentuk gum arab diduga lebih mudah melepaskan uap air dan udara-udara yang terjebak pada saat pengeringan semprot (*Spray dryer*). Namun pada kenyataannya terjadi penurunan angka iod sebesar 9,53%. Hal ini diduga dipengaruhi oleh kadar air produk mikrokapsul yang sangat rendah yaitu 0,62% dan daya serap uap airnya yang tinggi yaitu 11,9%. Data tersebut menunjukkan bahwa produk mikrokapsul ini sangat higroskopis, sehingga akan sangat mudah menyerap air lingkungan masuk kedalam bahan. Air yang terserap masuk ini diduga menjadi penyebab reaksi autooksidasi selama produk mikrokapsul disimpan

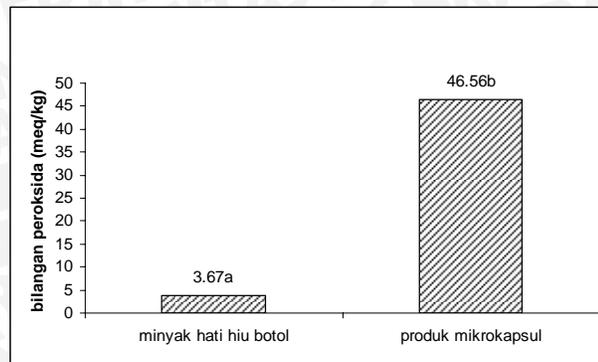
setelah tahapan pengeringan dengan *spray dryer*. Terdapatnya jeda waktu antara proses pengeringan dan analisa angka iod ini menyebabkan produk menyerap air lingkungan dan terjadilah reaksi autooksidasi.

Sebab berikutnya yang bisa diduga adalah masih ada minyak yang tidak terkapsulkan yang artinya masih ada minyak yang menempel di mikrokapsul. Minyak yang tidak terkapsulkan ini akan mudah sekali rusak dan kerusakan ini akan menjangar ke minyak di dalam mikrokapsul sehingga menyebabkan angka iodnya menjadi turun.

Dikatakan oleh Ketaren (1986), standar bilangan iod untuk minyak makan adalah sebesar 53 ± 15 . Dengan melihat hasil penelitian ini yaitu angka iod minyak hati hiu botol sebesar 68,03 meq/kg dan produk mikrokapsulnya sebesar 56,5 meq/kg, dapat dikatakan bahwa kedua bahan tersebut masih mempunyai mutu yang baik sehingga masih layak untuk dikonsumsi.

4.3.2 Bilangan Peroksida

Kemampuan bahan penyalut melindungi minyak ikan dari kerusakan diteliti dengan menggunakan parameter bilangan peroksida. Bilangan peroksida merupakan indikator awal penurunan mutu minyak. Semakin tinggi angka peroksida, semakin rusak minyak tersebut, yang dapat diartikan bahan penyalut mikrokapsul tersebut kurang mampu melindungi minyak dari kerusakan. Hasil penelitian menunjukkan terjadi kenaikan yang sangat tinggi pada bilangan peroksida minyak hati hiu botol dan produk mikrokapsulnya, yaitu sebesar 92,20%, dari 3,67 meq/kg menjadi 46,56 meq/kg. Data tersebut disajikan pada Gambar 14.



Gambar 14. Rerata Bilangan Peroksida Minyak Hati Hiu Botol Dan Produk Mikrokapsulnya

Hasil analisa uji t (tingkat signifikansi 5%) menunjukkan perlakuan mikroenkapsulasi memberikan pengaruh yang berbeda nyata pada bilangan peroksida yang ditunjukkan dengan nilai $p < 0,05$ (Lampiran 6). Tingginya bilangan peroksida ini bisa disebabkan oleh banyak hal, antara lain sifat higroskopis produk mikrokapsul. Diketahui bahwa bahan yang mempunyai kadar air rendah akan bersifat sangat higroskopis. Suhu pengeringan yang tinggi (suhu inlet 185°C) memang bisa menurunkan nilai kadar air, tetapi bisa meningkatkan daya serap uap air. Hal ini ditunjukkan dengan nilai daya serap uap air produk yang tinggi, yaitu sebesar 11,9% dengan kadar air 0,62%. Semakin higroskopis bahan maka akan semakin mudah bahan tersebut dalam menyerap air lingkungan sekitarnya. Hal tersebut akan membuat bahan kontak dengan udara yang akhirnya menjalar ke minyak dalam mikrokapsul sehingga timbullah reaksi autooksidasi.

Tingginya bilangan peroksida produk yaitu sebesar 46,56 meq/kg diduga menjadi penyebab terbentuknya persenyawaan peroksida, yang dapat membantu proses oksidasi sejumlah kecil asam lemak jenuh, dan juga oksigen bebas dibawah pengaruh sinar ultra-violet atau katalis logam pada suhu tinggi dapat secara langsung mengoksidasi asam lemak jenuh. Asam lemak pada umumnya bersifat semakin reaktif

terhadap oksigen dengan bertambahnya ikatan rangkap pada rantai molekul (Ketaren, 1986).

Terdapatnya jeda waktu antara proses pengeringan dan analisa bilangan peroksida yang menyebabkan produk harus disimpan terlebih dahulu juga dapat menyebabkan produk menyerap air lingkungan dan terjadilah reaksi autooksidasi.

Reaksi oksidasi thermal juga bisa terjadi selama proses pengeringan dengan *spray dryer*. Oksidasi thermal adalah oksidasi yang terjadi akibat pemanasan dengan suhu 100-200°C (Perkins, 1960). Hal ini dipengaruhi oleh porositas dan ketebalan penyalutnya. Produk mikrokapsul ini memiliki bilangan peroksida yang tinggi bisa diduga karena kurang tebalnya penyalut dalam menyalut minyak sehingga penyalut tidak mampu menahan panas udara semprot *spray dryer* sehingga dapat mencapai inti mikrokapsul dan menambah kerusakannya.

Secara umum dari perbandingan kedua bahan tersebut, kenaikan bilangan peroksida lebih disebabkan karena pengaruh panas di *spray dryer* pada saat pengeringannya. Hal ini sesuai dengan pendapat Winarno (1992) bahwa panas dapat memacu terjadinya autooksidasi dan mempercepat reaksi radikal bebas dengan oksigen yang membentuk hidroperoksida yang sangat tidak stabil dan mudah pecah menjadi senyawa rantai karbon yang lebih pendek.

Dari hasil pengamatan dapat dikatakan bahwa telah terjadi penurunan mutu produk mikrokapsul akibat pengaruh panas *spray drier*. Hal lain yang menjadi faktor pemicunya adalah tidak adanya penambahan antioksidan kedalam minyak bahan baku. Hal ini terbukti oleh penelitian yang dilakukan Aroma (2003) bahwa dengan penambahan antioksidan BHA dan BHT sebesar masing-masing 200 ppm dapat

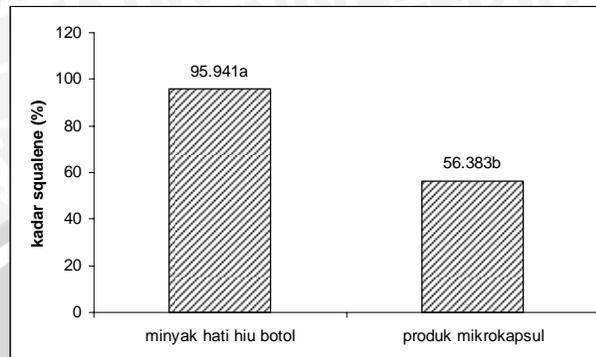
menurunkan bilangan peroksida dari 100,7 meq/kg menjadi 14,93 meq/kg. Faktor penyimpanan juga dapat mempengaruhi stabilitas produk mikrokapsul.

4.3.3 Kadar Squalene

Analisa kadar squalene dengan HPLC diperoleh lima puncak dengan satu puncak tertinggi yang bisa diidentifikasi sebagai squalene yang memiliki luas area 56,383% dengan waktu retensi 45,47 menit. Puncak kedua, ketiga dan kelima diidentifikasi sebagai asam lemak dan produk tidak menguap lainnya, masing-masing sebesar 27,464% dengan waktu retensi 23,25 menit, 14,347% dengan waktu retensi 4,99 menit, 0,288% dengan waktu retensi 11,09 menit. Diduga asam lemak dan produk tidak menguap tersebut berasal dari rantai panjang squalene yang terurai akibat reaksi autooksidasi yang mempunyai berat molekul lebih besar daripada berat molekul squalene atau hasil degradasi primer dan sekunder dari asam lemak tidak jenuh atau bisa juga dari hasil oksidasi thermal. Puncak terakhir yaitu puncak keempat, dapat diidentifikasi sebagai heksan (yang merupakan bahan ekstraksi minyak) sebesar 1,518% dengan waktu retensi 8,40 menit. Hasil analisa tersebut dapat dilihat pada Lampiran 7 dan hasil identifikasi menggunakan HPLC dapat dilihat pada Lampiran 11.

Dari hasil perbandingan kadar squalene minyak hati hiu botol sebelum diberi perlakuan mikroenkapsulasi (95,941%) dengan setelah diberi perlakuan (56,383%), dapat diketahui bahwa kadar squalene telah mengalami penurunan sebesar 41,23%. Hal ini diduga dikarenakan telah terjadi penguraian ikatan rangkap dalam squalene menjadi asam-asam lemak lainnya yang di penelitian ini tidak diidentifikasi lebih lanjut. Dimana asam-asam lemak yang terurai tersebut memiliki berat molekul lebih tinggi daripada squalene dan memiliki waktu retensi lebih rendah daripada squalene. Data rerata kadar

squalene minyak hati hiu botol dan produk mikrokapsulnya ditampilkan pada Gambar 15.



Gambar 15. Rerata Kadar Squalene Minyak Hati Hiu Botol Dan Produk Mikrokapsulnya

Penurunan kadar squalene pada produk dapat diduga akibat suhu tinggi yang digunakan pada saat pengeringan dengan *spray dryer*, yaitu 185°C selama 6 jam dan kurang tebalnya penyalut dalam menyalut minyak sehingga penyalut tidak mampu menahan panas udara semprot *spray dryer* sehingga dapat mencapai inti mikrokapsul dan menambah kerusakannya. Diduga reaksi oksidasi thermal telah mengakibatkan kerusakan pada minyak yang berakibat dengan turunnya kadar squalene yang dapat ditunjukkan dengan meningkatnya bilangan peroksida dari 3,63 meq/kg menjadi 46,56 meq/kg. Hal ini sesuai dengan Ketaren (1986) yang menyatakan bahwa pemanasan minyak dalam jangka waktu lama akan meningkatkan persentase hasil oksidasi berupa zat tidak menguap (*Non Volatile Product*). Hal ini dapat diketahui dari kenaikan persentase zat yang mempunyai berat molekul tinggi yang bertambah dari 6% meningkat menjadi 47%, dan nilai gizi minyak tersebut menurun. Struktur dari persenyawaan yang terbentuk akibat thermal oksidasi biasanya merupakan persenyawaan yang kompleks dengan berat molekul tinggi dan mengandung tidak lebih dari 2 buah gugus karboksil yang dapat dijadikan penjelasan munculnya puncak kedua, ketiga dan kelima.

Tingginya sifat higroskopis produk juga dapat menjadi penyebab turunnya kadar squalene produk. Semakin higroskopis produk maka akan semakin mudah produk tersebut dalam menyerap oksigen udara. Hal ini terjadi spontan dan yang paling rentan mengalami oksidasi spontan ini adalah asam lemak tidak jenuh dalam minyak hati hiu botol dan sejumlah kecil persenyawaan yang merupakan konstituen yang cukup penting. Dalam bahan pangan yang ramuannya cukup kompleks, ternyata hasil oksidasi yang terbentuk (zat A) dapat mengoksidasi konstituen lain yang masih utuh (zat B) dalam bahan pangan (Ketaren, 1986).

4.3.4 Kadar Air

Kadar air sangat menentukan tingkat keawetan produk mikrokapsul selama penyimpanan. Kadar air berkaitan erat dengan aktivitas mikroba, jamur, enzim dan autooksidasi minyak didalam mikrokapsul. Semakin tinggi kadar air semakin pendek masa simpan mikrokapsul tersebut. Hasil pengamatan kadar air mikrokapsul minyak hati hiu botol dapat dilihat pada Lampiran 8.

Hasil perhitungan rerata nilai kadar air mikrokapsul minyak hati hiu botol sebesar 0,62%. Dibandingkan dengan hasil penelitian Aroma (2003) dan Suparmi (2001) pada mikroenkapsulasi minyak ikan tuna dengan nilai kadar air masing-masing sebesar 7,82% dan 5,33%, nilai kadar air pada penelitian ini jauh lebih rendah. Hal ini diduga disebabkan oleh enkapsulan yang digunakan yaitu gum arab dengan konsentrasi 75%, yang memiliki porositas lebih tinggi daripada gelatin, sehingga viskositas yang dihasilkan juga rendah. Semakin rendah viskositas suatu bahan, semakin mudah air dalam bahan tersebut diuapkan.

Bhandari *et al* (1992) dalam Kim and Morr (1996) menyatakan bahwa hubungan antara kadar air mikrokapsul berkaitan erat dengan viskositas emulsi sebelum proses pengeringan dengan *spray dryer*. Lebih lanjut dikatakan bahwa struktur dan porositas partikel yang ditambahkan sangat menentukan jumlah air yang diikat selama proses pengeringan. Pernyataan ini didukung oleh Wardayanie *dkk* (2000) yang menyatakan bahwa daya serap uap air menunjukkan kemampuan penyerapan air oleh matriks jaringan. Kemampuan tersebut ditentukan oleh struktur jaringan bahan kering. Semakin porous jaringan, akan semakin mudah air berpenetrasi kedalam jaringan. Kadar air yang rendah menyebabkan rendahnya aktivitas air sehingga pertumbuhan mikroba dan reaksi-reaksi yang merusak komponen mikrokapsul dapat dihambat.

Faktor lain yang berpengaruh pada rendahnya kadar air mikrokapsul minyak hati hiu botol ini adalah pada saat proses pengeringan atau evaporasi. Diduga bahan yang mempunyai total padatan dan luas permukaan yang lebih besar akan berlangsung lebih cepat, sehingga untuk proses yang sama produk yang dihasilkan memiliki kadar air yang lebih rendah. Hal ini sesuai dengan formulasi pindah panas yaitu $q = U \times A \times T$, semakin luas permukaan maka proses pengeringan akan semakin cepat (Ahza dan Slamet, 1997).

Enkapsulan yang dipakai adalah gum arab dan gelatin dengan proporsi gum arab lebih besar daripada gelatin. Gum arab digunakan dalam mikroenkapsulasi karena mampu membentuk busa (Kirk and Othmer, 1980), sehingga minyak akan terperangkap dan jika dipanaskan akan terbentuk lapisan film yang protektif disekitar bahan inti (core). Hal ini menunjang hasil yang diperoleh pada penelitian ini yaitu presentase kadar air mikrokapsul minyak hati hiu adalah sebesar 0,62%.

Hal lain yang berpengaruh adalah persentase fraksi air dan minyak dalam emulsi. Semakin sedikit molekul air yang berikatan dengan globula minyak dalam suatu sistem

emulsi maka semakin rendah suhu serta semakin cepat waktu yang dibutuhkan untuk dapat memutuskan ikatan air dengan minyak tersebut. Kecenderungan semakin rendahnya kadar air mikro kapsul bisa disebabkan oleh viskositas emulsi yang rendah pula. Diketahui bahwa viskositas emulsi yang rendah berarti jumlah droplet atau fase internal dalam emulsi juga rendah. Hal ini sesuai dengan pendapat Kirk and Othmer (1979) yang menyebutkan bahwa viskositas emulsi dipengaruhi oleh perbandingan volume dari fase internal dan eksternal dimana semakin tinggi fase internal maka viskositas emulsi akan semakin tinggi pula. Diduga hal ini disebabkan air diikat oleh 2 buah molekul yaitu globula minyak dan molekul-molekul dari masing-masing enkapsulan sehingga semakin tinggi minyak semakin banyak molekul air yang terikat yang untuk melepaskannya membutuhkan waktu yang lebih lama dan panas yang lebih tinggi.

4.3.5 Daya Serap Uap Air Mikro kapsul

Penyerapan uap air menunjukkan sifat higroskopis dari mikro kapsul minyak hati hiu botol (*Centrophorus squamosus*). Semakin tinggi sifat higroskopis maka semakin tinggi pula daya serap uap air mikro kapsul. Hasil pengamatan daya serap uap air mikro kapsul minyak hati hiu botol dapat dilihat pada Lampiran 8.

Hasil perhitungan rerata nilai daya serap uap air mikro kapsul minyak hati hiu botol sebesar 11,9%. Nilai ini masih berada dalam kisaran hasil penelitian Borges dan Vidal (1995) yaitu 10-20% pada pisang, namun lebih rendah dari hasil penelitian Aroma (2003) sebesar 9,78% pada mikroenkapsulasi minyak ikan tuna dan pada penelitian Sabrina (2006) yaitu sebesar 3,9513% pada mikroenkapsulasi minyak ikan kaya asam lemak Omega-3. Hal ini diduga disebabkan karena tingginya sifat higroskopis produk

ini. Telah disebutkan bahwa semakin tinggi sifat higroskopis maka semakin tinggi pula daya serap uap air. Suhu pengeringan yang digunakan juga bisa menjadi faktor tingginya daya serap uap air pada mikrokapsul minyak hati hiu botol ini. Suhu yang digunakan pada saat pengeringan adalah 185°C. Tingginya suhu ini menyebabkan kadar air dalam bahan bernilai rendah yang menyebabkan bahan bersifat sangat higroskopis.

Peranan gum arab sebagai enkapsulan yang bersifat lebih porous dibandingkan dengan gelatin juga bisa menjadi faktor pendukung tingginya nilai daya serap uap air. Film yang dibentuk gum arab diduga lebih mudah melepaskan uap air dan udara-udara yang terjebak pada saat pengeringan semprot (*spray dryer*). Hal ini pun sesuai dengan pendapat Anonymous (2001) bahwa gum arab akan membentuk film yang mudah menguapkan kandungan air dan udara yang terjebak dan menjadikan permukaan penyalut yang porous.

4.3.6 Rendemen Mikrokapsul

Salah satu faktor penentu keberhasilan pembuatan mikrokapsul adalah tingginya nilai rendemen. Semakin tinggi nilai rendemen maka semakin baik metode enkapsulasi yang digunakan. Rendemen mikrokapsul pada penelitian ini dipengaruhi oleh 2 faktor yaitu bahan mikrokapsul (inti dan enkapsulan) dan *spray dryer*. Hasil pengamatan rendemen mikrokapsul minyak hati hiu botol dapat dilihat pada Lampiran 8.

Hasil perhitungan rerata nilai rendemen mikrokapsul minyak hati hiu botol sebesar 34,37%. Rendemen yang diperoleh merupakan output sekali jalan yang tertampung di tabung siklon kecil. Nilai ini termasuk rendah dibandingkan dengan hasil penelitian Aroma (2003) dan Suparmi (2001) yaitu masing-masing sebesar 98,21% dan 85,79%. Dapat dikatakan bahwa komposisi enkapsulan yang dipakai (gum

arab:gelatin=75%:25%, lesitin 5% dan CMC 10%) hanya memiliki kemampuan menyaluti bahan inti kira-kira sepertiga dari konsentrasinya. Hal ini diduga disebabkan oleh stabilitas emulsi yang kurang bagus pada saat pengeringan berlangsung. Stabilitas emulsi yang kurang bagus mengakibatkan globula minyak yang besar cenderung memisah dan kemampuan untuk membentuk emulsi akan berkurang, meskipun dilakukan pengadukan. Dari sini diketahui bahwa pada saat pengeringan, bahan dengan komponen air terbesar keluar terlebih dahulu, kemudian diikuti komponen minyak yang mulai terpisah dari sistem emulsi. Minyak yang terpisah dan tidak terkapsulkan yang disebabkan pecahnya sistem emulsi inilah yang menyebabkan bahan menjadi lengket pada ruang pengering dan tidak bisa keluar ke tabung siklon kecil (botol penampung). Hal ini didukung Hartomo dan Widiatmoko (1992) yang menyatakan bahwa konsistensi emulsi ditentukan oleh nisbah fase kontinyu terhadap fase terdispersinya serta viskositas fase kontinyu, sehingga menyebabkan sistem emulsi menjadi kurang stabil. Ditambahkan oleh Hui (1994), secara umum kombinasi beberapa *emulsifier* dalam sistem emulsi sangat diperlukan untuk tercapainya stabilitas emulsi, dengan demikian mampu memberikan keseimbangan antara kelompok hidrofilik dan hidrofobik.

Rendahnya rendemen pada perlakuan konsentrasi minyak 50% diduga disebabkan oleh porositas dari gum arab yang lebih besar daripada gelatin, karena gum arab lebih mampu menguapkan air dibanding gelatin. Semakin porous bahan, penguapan air semakin besar, sehingga menyebabkan air bahan semakin kecil pula. Semakin kecil kandungan air secara otomatis semakin ringan bahan tersebut sehingga rendemen yang dihasilkan semakin kecil pula. Karena perhitungan rendemen merupakan persentase berat mikrokapsul yang dihasilkan dibagi berat bahan baku, sehingga semakin sedikit mikrokapsul yang dihasilkan menyebabkan rendemen semakin kecil pula (Suparmi,

2001). Hal ini didukung dengan suhu inlet *spray dryer* yang tinggi yaitu 185°C dan suhu outletnya sebesar 98°C, sehingga lebih mudah untuk melepaskan molekul air yang terikat pada globula minyak.

Faktor lain yang menyebabkan rendahnya rendemen adalah viskositas. Viskositas gum arab lebih rendah daripada gelatin, dimana gum arab masih bisa larut pada konsentrasi 50% (Kirk and Othmer, 1980). Hal ini berbeda dengan gelatin, gelatin sudah membentuk gel pada konsentrasi 1-2%. Matz (1992) menyatakan bahwa viskositas gelatin pada konsentrasi 1-2% sebesar 2-7,5 centipoisse sedangkan menurut Kirk and Othmer (1980), viskositas 7 centipoisse dibentuk oleh gum pada konsentrasi 5%. Semakin besar viskositas suatu bahan, semakin besar air dalam bahan tersebut, sehingga lebih sulit diuapkan.

4.3.7 Efisiensi Enkapsulasi

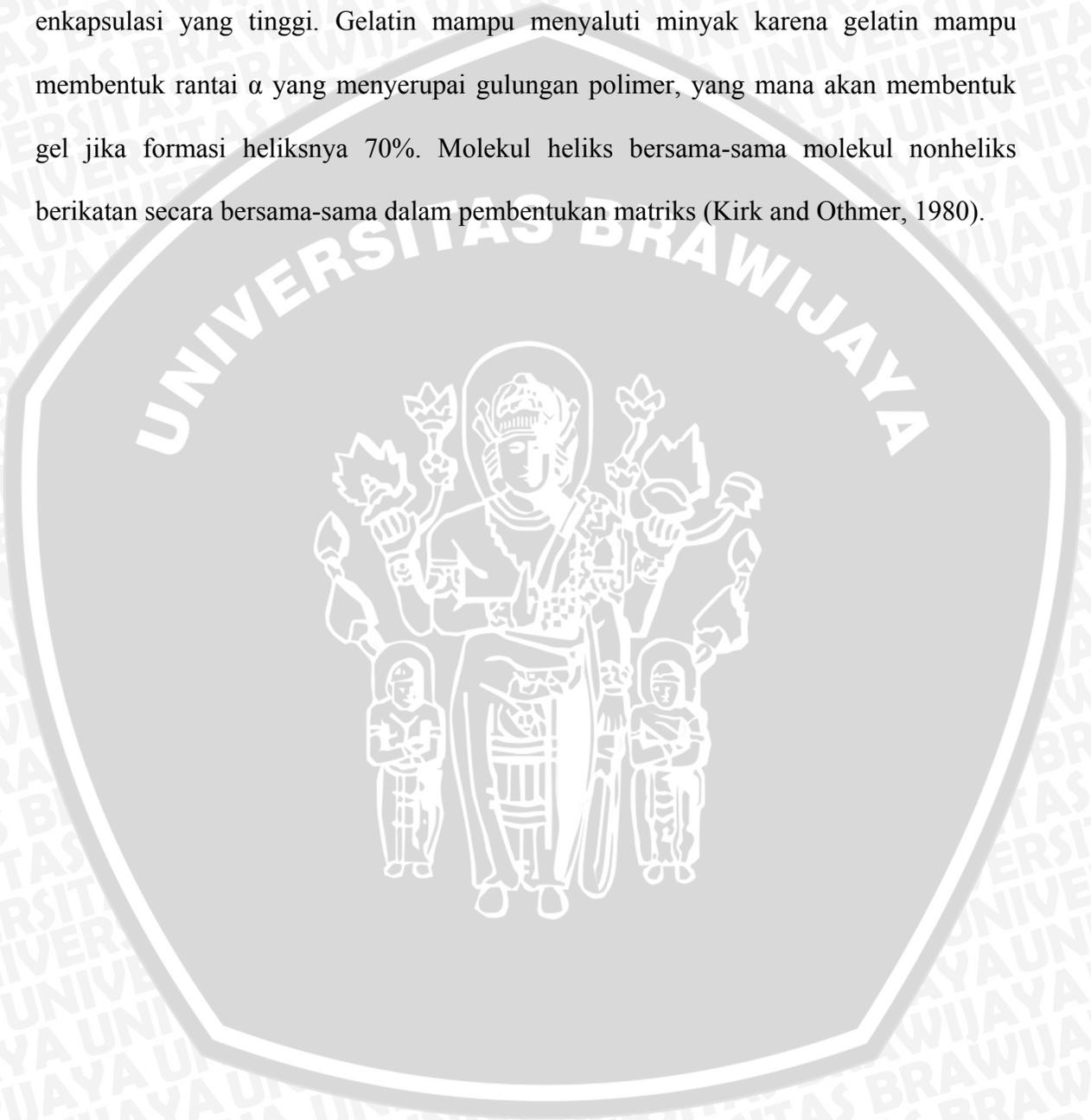
Efisiensi enkapsulasi merupakan salah satu faktor yang penting dalam proses pembuatan mikrokapsul. Semakin tinggi efisiensi enkapsulasi semakin baik teknik mikroenkapsulasi tersebut dalam penerapannya (Aroma, 2003). Hasil rerata nilai efisiensi enkapsulasi minyak hati hiu botol (*Centrophorus squamosus*) menunjukkan nilai 78,67%. Apabila dibandingkan dengan hasil penelitian Aroma (2003) yaitu sebesar 71, 90% pada mikroenkapsulasi minyak ikan tuna dan Suparmi (2001) sebesar 67,55% pada mikroenkapsulasi minyak yang sama, hasil penelitian ini lebih besar nilai efisiensi enkapsulasinya. Perhitungan rerata nilai efisiensi enkapsulasi mikrokapsul minyak hati hiu botol dapat dilihat pada Lampiran 8.

Tingginya nilai efisiensi enkapsulasi bisa disebabkan oleh beberapa faktor, salah satunya adalah tingkat kestabilan emulsi. Pada penelitian ini didapatkan emulsi dengan

kestabilan 48 jam 40 menit. Menurut Permadi *et al* (2003), emulsi dengan tingkat kestabilan yang tinggi dapat meningkatkan efisiensi enkapsulasi. Pernyataan ini juga didukung oleh Lin *et al* (1995), bahwa semakin tidak stabil sistem emulsi, semakin kecil minyak yang terkapsulkan. Kestabilan emulsi sebelum pengeringan akan berpengaruh terhadap mikrokapsul minyak hati hiu botol yang dihasilkan. Hal ini diduga karena pada emulsi yang stabil, droplet minyak yang terbentuk pada proses emulsifikasi senantiasa terlapisi dengan baik di dalam sistem emulsi sebelum maupun selama proses pengeringan berlangsung sehingga dapat menjamin keberadaan droplet minyak di dalam mikrokapsul yang dihasilkan, dengan demikian efisiensi enkapsulasinya tinggi. Namun hal ini juga tergantung dari jumlah minyak yang ditambahkan. Semakin banyak jumlah minyak yang ditambahkan maka semakin banyak globula minyak yang harus dilapisi oleh bahan penyalut. Pada titik tertentu, bahan penyalut tidak akan mampu melapisi seluruh globula minyak (Aroma, 2003). Pada penelitian ini jumlah minyak yang ditambahkan adalah 50% dari berat enkapsulan dan menghasilkan efisiensi enkapsulasi yang cukup tinggi. Hal ini menunjukkan bahwa proporsi enkapsulan dan minyak yang digunakan bisa dikatakan sudah sesuai, sehingga menghasilkan efisiensi yang cukup tinggi pula.

Faktor lain yang berpengaruh terhadap efisiensi enkapsulasi adalah *emulsifier*. Senyawa yang berperan melapisi droplet minyak terutama lesitin, disamping juga gum arab dan gelatin. Menurut Marshall (1996), pengemulsi akan lebih kuat ditarik oleh droplet minyak dibandingkan dengan protein. Ujung lipofilik dari lesitin berikatan dengan droplet minyak sedangkan ujung hidropiliknya berikatan dengan fase kontinyu air, gum arab, maupun gelatin.

Bahan penyalut juga berperan pada tingkat efisiensi enkapsulasi. Gum arab diduga berperan cukup besar dalam pembentukan film yang menstabilkan emulsi dan melindungi droplet minyak selama proses pengeringan sehingga menghasilkan efisiensi enkapsulasi yang tinggi. Gelatin mampu menyaluti minyak karena gelatin mampu membentuk rantai α yang menyerupai gulungan polimer, yang mana akan membentuk gel jika formasi heliksnya 70%. Molekul heliks bersama-sama molekul nonheliks berikatan secara bersama-sama dalam pembentukan matriks (Kirk and Othmer, 1980).



5 KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Minyak hati hiu botol (*Centrophorus squamosus*) yang digunakan sebagai bahan baku pembuatan produk mikrokapsul mempunyai spesifikasi sebagai berikut: angka iod 68,03 meq/kg, bilangan peroksida 3,63 meq/kg dan kadar squalene 95,941%.

Proses mikroenkapsulasi yang menggunakan *Spray dryer* dengan suhu inlet 185°C menyebabkan penurunan kualitas produk mikrokapsul apabila dibandingkan dengan minyak hati hiu botol sebagai bahan bakunya yang bisa dilihat dari penurunan angka iod sebesar 16,95% dan kadar squalene sebesar 41,23% serta peningkatan bilangan peroksida sebesar 92,20%. Sehingga dapat disimpulkan bahwa kualitas produk mikrokapsul minyak hati hiu botol lebih rendah apabila dibandingkan dengan minyak hati hiu botol sebagai bahan bakunya.

5.2 Saran

Dari penelitian ini bisa diketahui bahwa salah satu faktor yang dapat memicu penurunan kualitas mikrokapsul adalah kualitas bahan mentah itu sendiri. Untuk itu proses penyimpanan minyak harus lebih diperhatikan sehingga kualitasnya sebelum dilakukan pengeringan dengan *spray dryer* tetap terjaga dan sebaiknya minyak tidak disimpan terlalu lama karena akan berakibat pada perubahan kualitas minyak baik secara fisik maupun kimia. Perlu ditambahkan antioksidan pada minyak hati hiu botol dan perlu dilakukan penelitian tentang : (1) pemakaian bahan penyalut dengan jenis dan kombinasi serta suhu *spray dryer* yang berbeda, dan (3) penggunaan bahan pengemas dan stabilitas mikrokapsul minyak hati hiu botol selama penyimpanan.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonymous. 1999^a. **What is Micro Encapsulation?**. Thiest Technology. St. Louis, Missouri. www.thiesttech.com. Diakses 24 Oktober 2005. p.1-4.
- _____. 1999^b. **What Micro Encapsulation Can Do For You?**. Thiest Technology. St. Louis, Missouri. www.thiesttech.com. Diakses 24 Oktober 2005. p.1-3.
- _____. 2000. **What is gelatin?**. <http://www.gelatin.com>
Diakses 23 Oktober 2005. p.2-5.
- _____. 2003. **Microencapsulation**. <http://www.csl.gov.uk>.
Diakses 26 Oktober 2005. p. 1-2.
- _____. 2005^a. **Carboxymethylcellulose**.
<http://www.lsbu.ac.uk>. Diakses 25 Oktober 2005. p.1.
- _____. 2005^b. **Carboxymethylcellulose**.
<http://www.ratson.com>. Diakses 25 Oktober 2005. p.1.
- _____. 2006^a. **Squalene**. <http://www.answers.com>
Diakses tanggal 7 desember 2006. p1.
- _____. 2006^b. **Squalene**. <http://www.druginfo.com>.
Diakses tanggal 7 Desember 2006. p 1-2.
- _____. 2006^c. **Squalene**. <http://www.wikipedia.org>
Diakses tanggal 7 Desember 2006. p 1.
- Ahza, A.B dan A.H. Slamet., 1997. **Mikroenkapsulasi Campuran Ekstrak Kulit dan Buah Jeruk Nipis (*Citrus aurantifdraswingle*) serta Aplikasinya pada Teh Celup**. Bulletin Teknologi Industri Pangan. Bogor. Vol 8 no 22 tahun 1997. Hal 80-86 .
- AOAC, 1990. **Official Methods of Analysis**. Association of Analitical Chemistry. 15th Edition. Virginia. p. 802-840, 956-957.
- Aroma, H. 2003. **Mutu dan Stabilitas Mikrokapsul Minyak Ikan Tuna (*Thunnus sp*) Dengan Bahan Penyalut dan Konsentrasi Minyak Yang Berbeda**. Skripsi S1. Fakultas Perikanan. Universitas Brawijaya. Malang.
- Brody, J. 1965. **Fishery By-Products Technology**. The AVI Publishing Company, Inc. Westport. Connecticut. P 148.

- Budiarso, Iwan T. 2003. **Squalene, Ekstrak Hati Ikan Hiu Botol Yang Ajaib.** www.medikaholistik.com. Diakses tanggal 16 Mei 2006. p.1.
- Budiatin, A.S. 1999. **Uji Perbandingan Aktivitas Skualena Dengan A-Tokoferol Sebagai Penangkap Radikal Difenil Pikril Hidrazil Dan Antiperoksida Lemak Dalam Homogenat Hepar Tikus Dengan Induksi Ter-Butil Hidroperoksida.** Penelitian eksperimental laboratoris. Tesis S2. Program Pasca Sarjana Universitas Airlangga. Surabaya.
- Chaerunisaa, A.Y. 2004. **Mikroenkapsulasi Ibuprofen Menggunakan Polimer Polimetakrilat E-100 dan Polivinilalkohol Secara Fluid Bed Dryer Untuk Formulasi Tablet Kunyah.** <http://fa.lib.itb.ac.id> Diakses 23 Oktober 2005. Hal.1
- Earle, R.L. 1982. **Satuan Operasi Dalam Pengolahan Pangan.** Penerjemah Zein Nasution. Sastra Hudaya. Jakarta. 357 hal.
- Fennema, O.R., M. Karen and D. Bagan Lund, 1996. **Principle of Food Science.** The AVI Publishing Connecticut.
- Furia, T.E. 1983. **Handbook of Food Additive.** Vol 1. CRC Press Inc.
- Genghua, G.U, Huang, J, H.E, Hong. 2003. **Sequential-release of Anticancer Drugs Microcapsulated with Ethylcellulose.** <http://www.cmj.org> Diakses 25 Oktober 2005. p.1.
- Hadiwiyoto, S., 1993. **Teknologi Pengolahan Hasil Perikanan.** Jilid I. Penerbit Liberty. Yogyakarta.
- Harris, R.S, dan E. Karmas. 1989. **Evaluasi Gizi Pada Pengolahan Bahan Pangan.** Diterjemahkan oleh Sofia Niksolihin. ITB. Bandung.
- Hartomo, A.J dan Widiatmoko. 1993. **Emulsi Dan Pangan Instant Ber-Lesitin.** Penerbit Andi Offset. Yogyakarta.72 hal.
- Huang, H, Tian, H, Li X, Zhao G. 2003. **Hypoglycemic Effects of Chitosan-microcapsulated Insulin on the Blood Glucose Level of Streptozotocin-diabetic Wistar Rats.** <http://www.ncbi.nlm.nih.gov>. Diakses 25 Oktober 2005. p.1.
- Hui, Y.H., 1992. **Encyclopedia of Food Science and Technology.** Volume 2. John Willey and Sons. New York. p. 659-662, 680-689, 826-827, 1338-1344.
- Jeremiah, L.E., 1996. **Freezing Effects on Food Quality.** Marcell Dekker Inc. New York.

- Ketaren, S. 1986. **Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan**. UI Press. Jakarta. p. 188-218.
- Kim dan Morr. 1996. **Microencapsulation Properties of Gum Arabic and Several Food Proteins: Spray Dried Orange Oil Emulsion Particle**. Jurnal Agricultural Food Chemistry. Volume 44 (5). American Chemical Society. Washington D.C. p. 1320-1344.
- Kirk and Othmer. 1979. **Encyclopedia of Chemical Technology. Diuretic to Emulsions**. 3rd edition. 8th volume. Jon Wiley and Sons. New York. Cichester. Brisbane. Toronto.
- Komari, 1994. **Mikroenkapsulasi Minyak Ikan untuk Fortifikasi Asam Lemak Omega-3 kedalam Bahan Makanan**. Gizi Indonesia. Jakarta. Vol. 19. no. 1-2. Hal. 90-100.
- Koswara, S. 1995. **Jahe dan Hasil Olahannya**. Pustaka Sinar Harapan. Jakarta.
- Kroctha, J.M., E.A. Baldwin, and M.O. Nisperos. 1994. **Edible Coatings and Films to Improve Food Quality**. Technomic Publishing Company Inc. United States.
- Lin, C., S. Lin; dan L.S. Hwang., 1995. **Microencapsulation of Squid Oil with Hydrophilic Macromolecules for Oxidative and Thermal Stabilization**. Journal of food Science Vol 60 no 1. p. 36-39.
- Matz, S.A. 1992. **Bakery Technology And Engineering**. 3th Edition. AVI Publishing Book. New York. P. 39-41, 88-89, 91-95, 234-239.
- Miwa, K. 1972. **Fish Oil and Fish Liver Oils**. In: Utilization of Marine Products. Marine Fisheries Research Course. Tokyo. P 111-114.
- Martini, J.T, Yunizal, T.D. Suryaningrum dan N. Hak. 1997. **Deodorisasi Minyak Ikan Lemuru (*Sardinella lemuru*)**. Prosiding seminar Simposium perikanan Indonesia III. Universitas Hasanudin. Ujung Pandang. Hal 353-356.
- Melan, Maria Goretti. 1995. **Variasi Suhu dan pH Dalam Ekstraksi Minyak Hati Ikan Cucut Botol (*Centrophorus squamosus*) Dengan Enzim Papain Dan Kualitas Hasil Minyaknya**. Skripsi S1. Fakultas Perikanan. Universitas Brawijaya. Malang.
- Newman, A.A. 1972. **Chemistry of Terpen and Terpenoids**. Acasemic Press. London. p. 471-472.
- Pawlowsky, K and E. Dickinson *dalam* Dickinson, E and B. Bergenstahl. 1997. **Influences of Protein-Polysqaccharide Interactions on The Rheology of Emulsion *dalam* Food: Colloids: Protein, Lipids and Polysaccharides**. The Royal Society of Chemistry. London.

- Permadi A, Djodjo, S, Harun A, I Nyoman S, Nazori D, Y.A. Budhi J., 2002. Makalah Falsafah Sains (PPs 702). **Stabilitas Emulsi dan Efisiensi Enkapsulasi Minyak Ikan Lemuru**. Program Pasca Sarjana Institut Pertanian Bogor. Bogor. 6 halaman.
- Risch, S.J., 1995. **Encapsulation: Overview of Uses and Techniques**. *Di dalam* S.J. Risch and G.A. Reineccius (Eds.). Encapsulation and Controlled Release of Food Ingredients. American Chemical Society. Washington DC.
- Rothblat, G.H. Dolores, S. Martak and D. Kritchevsky. 1962. Dalam: Yunizal dan S. Nasran. **Studi Pendahuluan Tentang Kadar Squalene Dalam Berbagai Minyak Hati Cucut**. Laporan Penelitian Teknologi Perikanan no. 32/1984. Balai Penelitian Teknologi Perikanan. Departemen perikanan. Jakarta. Hal 18.
- Sabrina, Amalia Farra. 2006. **Mikroenkapsulasi Minyak Kaya Asam Lemak Omega-3 Hasil Optimasi Dari Minyak Hasil Sampung Penepungan Ikan Lemuru (*Sardinella longiceps*) Menggunakan Metode Pengeringan Semprot**. Skripsi S1. Fakultas Teknik Pertanian. Universitas Brawijaya. Malang.
- Sheu, T.Y dan M. Rosenberg. 1995. **Microencapsulation by Spray Drying Ethyl Caprilate in Whey Protein and Carbohydrate Wall System**. Journal of Food Science. Vol. 60 No.1.
- Sudarmadji, S. B. Haryono dan Suhardi. 1993. **Prosedur Analisa Untuk Bahan Pangan Dan Pertanian**. Liberty. Yogyakarta.
- Sulaiman, T.N.S dan A. Fudhol. 2003. **Mikroenkapsulasi Kalium Iodida dengan Metode Koaservasi Sederhana**. <http://members.tripod.com>. Diakses 24 Oktober 2005.
- Suparmi. 2001. **Pengaruh Perbedaan Gelatin, Gum Arab dan Dextrin Sebagai Bahan Pelapis Terhadap Kualitas Mikrokapsul Minyak Ikan Tuna (*Thunnus sp*)**. Skripsi S1. Fakultas Perikanan. Universitas Brawijaya. Malang.
- Stansby, M.E., 1982. **Properties of Fish Oil and Their Application to Handling of Fish and to Nutritional and Industrial Use**. *Di dalam* R.E Martin, G.J. Flick, C.E. Hebord and D.R. Ward (Eds.). Chemistry and Biochemistry of Marine Food products. AVI Publishing Company. Connecticut. P. 75-91.
- Stephen, A.M and S.C Churms. 1995. **Food Polysaccharides and Their Applications**. Marcell Dekker Inc. New York.
- Sustriawan, B. 2002. **Mikroenkapsulasi Konsentrat Asam Lemak Omega-3 dari Minyak Ikan Tuna**. <http://www.balitbangjateng.go.id>. Diakses 25 Oktober 2005. Hal. 1.

- Sutriyo, J. Djajadisastra, A. Novitasari. 2004. **Mikroenkapsulasi Propanolol Hidroklorida dengan Penyalut Etil Selulosa Menggunakan Metoda Penguapan Pelarut.**
<http://jurnal.farmasi.ui.ac.id>. Diakses 25 Oktober 2005. Hal. 1.
- Tranggono, 1991. **Petunjuk Laboratorium Analisa Hasil Perikanan.** PAU Pangan dan Gizi. UGM. Yogyakarta. Hal. 226-330.
- Tsuchiya, T. 1961. **Biochemistry of Fish Oils.** In: G. Borgstorm. Fish As Food. Vol I. Academic Press. New York. P 211, 217, 234-239.
- Versic, Ronald J. 1988. **Flavour Encapsulation. An Overview.** The American Chemical Society. Washington DC.
- Wardayanie, N.I.A, T.R. Muchtadi dan D.R. Adawiyah. 2000. **Mikroenkapsulasi Minyak Sawit Kaya Beta Karoten Dengan Teknik Penyerapan Sio₂ Dan Orifice Process.** PATPI. Universitas Airlangga. Surabaya. Hal. 96-106.
- Winarno, F.G. 1997. **Kimia Pangan dan Gizi.** Cetakan ke-8. Penerbit Gramedia. Jakarta
- Yitnosumarto, S. 1993. **Percobaan, Perancangan, Analisis dan Interpretasinya.** PT. Gramedia Pustaka Utama, Jakarta.
- Yokota, Ryosuke. 2004. **Squalene, Ekstrak Hati Ikan Hiu Botol yang Ajaib.**
<http://www.fao.org>. Diakses 25 Oktober 2005. p. 1-9.
- Yuwono, S.Y dan T. Susanto. 1998. **Pengujian Fisik Pangan.** Jurusan Teknologi Hasil Pertanian. Fakultas Teknologi Pertanian. Universitas Brawijaya. Malang.

Lampiran 3. Data Stabilitas Emulsi (%) Hasil Penelitian Tahap II b

Emulsi		Jam pengamatan																								
Ulangan	Perlakuan	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	
I	A	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	98.41 ^a	96.83	95.24	95.24	90.48	87.30	87.30	87.30	87.30	87.30	87.30	87.30	87.30	87.30
	B	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	98.36 ^b	95.08	93.44	93.44	90.16	90.16	90.16	90.16	90.16	90.16	90.16	90.16	90.16	90.16
	C	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	96 ^c	94	90	90	90	88	86	88	88	88	88	88	88	88
	D	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	96.23 ^d	96.23	96.23	90.57	84.91	84.91	84.91	84.91	84.91	84.91	84.91	84.91	84.91
	E	-	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	95.65 ^e	95.65	86.96	86.96	86.96	86.96	78.26	78.26	73.91	73.91	73.91	73.91
	F	-	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	60 ^f
II	A	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	98.33 ^g	93.33	93.33	91.67	90	86.67	86.67	86.67	86.67	86.67	86.67	86.67	86.67	86.67
	B	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	96.36 ^h	92.72	90.91	89.10	85.45	83.64	83.64	83.64	83.64	83.64	83.64	83.64	83.64	83.64
	C	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	96.67 ⁱ	95	95	93.33	91.67	90	90	90	90	90	90	90	90	90
	D	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	92.31 ^j	90.38	90.38	90.38	90.38	90.38	90.38	90.38	90.38	90.38
	E	-	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	97.73 ^k	97.73	97.73	93.18	93.18	93.18	93.18	93.18	93.18	93.18	93.18	93.18	93.18
	F	-	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	87.5 ^l
II	A	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	98.33 ^m	96.67	95	95	90	88.33	88.33	88.33	88.33	88.33	86.67	86.67	86.67	86.67
	B	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	96.49 ⁿ	94.74	92.81	92.98	92.98	89.47	89.47	89.47	89.47	89.47	89.47	89.47	89.47	89.47
	C	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	96.67 ^o	95	93.33	93.33	91.67	91.67	90	90	88.33	88.33	86.67	86.67	86.67	86.67
	D	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	98 ^p	98	98	96	96	94	94	90	88	88	88	88	88
	E	-	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	97.62 ^q	97.62	97.62	97.62	97.62	92.86	92.86	88.10	88.10	88.10	88.10	88.10	88.10
	F	-	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	87.80 ^r

Ket: (*) : lama waktu emulsi bertahan

- a : 23 jam 49 menit
- b : 24 jam 1 menit
- c : 23 jam 21 menit
- d : 26 jam 13 menit
- e : 26 jam 16 menit
- f : 48 jam 40 menit
- g : 23 jam 49 menit
- h : 24 jam 1 menit
- i : 23 jam 21 menit
- j : 32 jam 36 menit
- k : 26 jam 18 menit
- l : 48 jam 40 menit
- m : 23 jam 49 menit
- n : 24 jam 1 menit
- o : 23 jam 21 menit
- p : 19 jam 49 menit
- q : 19 jam 49 menit
- r : 48 jam 40 menit