

KARAKTERISTIK MIKROKAPSUL MINYAK KAYA ASAM LEMAK ω -3 DARI HASIL SAMPING PENEPUNGAN LEMURU

[Characteristics of Microcapsule of ω -3 Fatty Acids Enriched Oil from Lemuru Meal Processing]

Teti Estiasih ¹⁾, Kgs. Ahmadi ²⁾, dan Fithri Choirun Nisa ¹⁾

¹⁾Jurusan Teknologi Hasil Pertanian – FTP – Universitas Brawijaya - Jl. Veteran - Malang

²⁾Jurusan Teknologi Industri Pertanian - FP – Univ. Tribhuwana - Jl. Tlogowarna – Tlogomas - Malang

Diterima 10 Juli 2008 / Disetujui 15 Desember 2008

ABSTRACT

Omega-3 fatty acids enriched fish oil from lemuru fishmeal processing met the quality standard of food grade fish oil, but it was susceptible to oxidation. Microencapsulation by spray drying was one method that could protect this oil against oxidation and the microcapsule could be applied more widely and easier to handle. The important factor that affected microencapsulation process by spray drying method was encapsulant to core ratio. The objective of research was to elucidate the effect of encapsulant to core ratio (2:1; 3:1; 4:1; 5:1; and 6:1 (w/w)) on characteristics of ω -3 fatty acids enriched fish oil microcapsule.

The increase of microencapsulation efficiency and the decrease of surface oil proportion were related to better emulsion stability prior to spray drying and film forming ability around oil globule as the sodium caseinate proportion increased. Emulsification and heating during spray drying could induce hydrolysis of triglycerides in fish oil. Therefore, the quantity of free fatty acids relatively unchanged although the proportion of encapsulated oil decreased. The decrease of oxidation degree is caused by better protective effect of sodium caseinate during emulsification and spray drying due to better film forming ability as proportion of encapsulant increased. However, it was followed by the decrease of ω -3 fatty acids content that related to decreasing proportion of fish oil. This phenomenon was supported by unchanging ω -3 fatty acids retention that showed protective effect of sodium caseinate on oxidation during microencapsulation. Different encapsulant to core ratio did not change yield of microcapsule. Different proportion of surface oil did not affect microcapsule recovery.

Key words : fish oil from by product of lemuru meal processing, ω -3 fatty acids enriched oil, microencapsulation, spray drying, encapsulant to core ratio.

PENDAHULUAN

Minyak ikan sampai saat ini masih merupakan sumber utama asam lemak ω -3 terutama EPA (*eicosapentaenoic acid*) dan DHA (*dokosahexaenoic acid*) yang penting bagi kesehatan. Pengaruh positif asam lemak ω -3 terhadap kesehatan melalui modulasi fungsi platelet, menurunkan aktivitas koagulasi monosit, menekan adhesi leukosit, dan menurunkan tekanan darah sehingga dapat digunakan untuk terapi penyakit jantung koroner (Basu *et al.* 2006). Asam lemak ω -3 dilaporkan dapat memperbaiki massa tulang pada kadar asupan DHA rendah (Mollard *et al.* 2005; Högström *et al.* 2007). Asam lemak ini merupakan asam lemak yang paling penting pada otak, retina, dan spermatozoa, serta diperlukan bagi ketajaman penglihatan, kemampuan kognitif (Hashimoto *et al.* 2005), dan motilitas sperma (Connor dan Connor, 2007). Asam lemak ω -3 juga berperan positif terhadap Alzheimer dan demensia (Schaefer *et al.* (2006) serta menurunkan gejala depresi (Su *et al.* 2000; Tiemeier *et al.* 2003) serta memperbaiki harapan hidup penderita penyakit autoimun seperti lupus dan artritis (Jolly *et al.* 2001). Pada penderita diabetes, asam lemak ω -3 dapat memperbaiki toleransi terhadap glukosa (Mori *et al.* 1999) serta mencegah dan menurunkan resistensi insulin (Ghafoorunnisa *et al.* 2005).

Berbeda dengan asam lemak ω -6 yang dapat memicu insiden kanker prostat (Leitzmann *et al.* 2004), asam lemak ω -3 menghambat perkembangan kanker prostat, payudara, dan kanker terkait hormon lainnya (Terry *et al.* 2003; Sauer *et al.* 2005). Sebelumnya, Tavani *et al.* (2003) membuktikan bahwa asam lemak ω -3 menghambat perkembangan terhadap kanker mulut, termasuk kanker kelenjar ludah. Konsumsi asam lemak ω -3 dapat memperlambat pertumbuhan kanker, meningkatkan keberhasilan kemoterapi, dan menurunkan efek samping kemoterapi (Hardman *et al.* 2002; Hardman *et al.* 2004).

Sayangnya Indonesia masih mengimpor minyak ikan yang digunakan untuk pemanfaatan asam lemak ω -3 dalam bidang pangan dan kesehatan. Hasil penelitian sebelumnya (Estiasih *et al.* 2006) menunjukkan bahwa minyak kaya asam lemak ω -3 dari hasil samping penepungan lemuru memenuhi standar mutu minyak ikan untuk konsumsi sehingga dapat diaplikasikan untuk produk pangan. Minyak kaya asam lemak ω -3 dihasilkan dari teknik pemadatan cepat (Moffat *et al.* 1993). Teknik ini dapat memperkaya meningkatkan kadar asam lemak ω -3 dalam minyak hasil samping penepungan lemuru sebesar 1.81 kali (Estiasih *et al.* 2006).

Akan tetapi, penggabungan asam lemak ω -3 ke dalam produk pangan dibatasi oleh kerentanannya terhadap

oksidasi (Djordjovic *et al.* 2004) sehingga asam lemak ω -3 memerlukan perlindungan dari proses oksidasi (Lyberg *et al.* 2005). Untuk industri pangan, sebagian besar asam lemak ω -3 digunakan dalam bentuk mikrokapsul. Mikrokapsul asam lemak ω -3 masih diimpor dan belum diproduksi di Indonesia, padahal menurut Baik *et al.* (2004) permintaan industri terhadap mikrokapsul minyak ikan terus mengalami peningkatan seiring dengan meningkatnya kesadaran publik tentang pentingnya asam lemak tersebut.

Bentuk mikrokapsul minyak ikan dapat memperluas penggunaan asam lemak ω -3. Dalam bentuk mikrokapsul, asam lemak ω -3 ada dalam bentuk terlindungi dan dapat meminimalkan pengaruh oksidasi terhadap kualitas sensoris produk (Howe *et al.* 2002). Mikroenkapsulasi juga dapat membantu menutup bau amis pada produk akhir (Garg *et al.* 2006).

Mikrokapsul dihasilkan melalui proses mikroenkapsulasi yaitu teknik penyalutan droplet cair atau partikel padat. Ada beberapa metode mikroenkapsulasi bahan isian yang peka seperti asam lemak ω -3. Pengeringan semprot merupakan metode yang paling umum karena biaya operasionalnya 30-50 kali lebih rendah dari pengeringan beku. Pada proses pengeringan semprot terjadi peningkatan luas permukaan yang tajam yang dapat meningkatkan oksidasi, jika enkapsulan tidak cukup tebal atau padat untuk menghambat oksigen. Pemilihan enkapsulan menjadi penting karena mempengaruhi stabilitas emulsi sebelum pengeringan (Cerdeira *et al.* 2007). Beberapa enkapsulan mempunyai kapasitas pengemulsian dan kemampuan penyalutan yang baik. Natrium kaseinat merupakan penstabil emulsi yang baik untuk lemak (Hogan *et al.* 2001), sehingga digunakan sebagai enkapsulan pada penelitian ini.

Beberapa faktor mempengaruhi proses mikroenkapsulasi dengan pengeringan semprot yaitu stabilitas emulsi sebelum pengeringan (Magdassi dan Vinetsky, 1996), viskositas emulsi (Rosenberg *et al.* 1990), nisbah enkapsulan:bahan isian (Sheu dan Rosenberg, 1995), dan kondisi pengeringan (Pauletti dan Amestoy, 1999). Emulsi yang stabil menghasilkan mikrokapsul yang bersifat mengalir (*free flowing*). Efisiensi mikroenkapsulasi menurun pada konsentrasi lemak >50 % yang disebabkan ketidakstabilan emulsi (Onwulata *et al.* 1994). Hasil penelitian sebelumnya (Estiasih *et al.* 2005) menunjukkan bahwa efisiensi mikroenkapsulasi ini mempengaruhi stabilitas oksidasi.

Salah satu faktor penting yang mempengaruhi mikroenkapsulasi adalah nisbah penyalut:bahan isian. Menurut Young *et al.* (1993a) peningkatan konsentrasi penyalut menyebabkan peningkatan efisiensi mikroenkapsulasi. Sheu dan Rosenberg (1995) menambahkan bahwa nisbah penyalut:bahan isian yang tinggi menyebabkan retensi bahan isian yang tinggi dan menguntungkan. Menurut Kagami *et al.* (2003) nisbah natrium kaseinat:minyak ikan harus optimum untuk mendapatkan mikrokapsul yang stabil terhadap oksidasi. Hasil penelitian Hogan *et al.* (2001) menunjukkan bahwa

pada nisbah minyak:penyalut kurang dari 0.75 kerentanan terhadap destabilisasi selama pengeringan semprot paling rendah.

Nisbah penyalut:minyak ikan yang digunakan pada penelitian sebelumnya adalah 2:1 dan belum menghasilkan karakteristik mikrokapsul yang baik (Estiasih *et al.* 2005) sehingga harus dikaji lebih lanjut. Penelitian ini bertujuan untuk menjelaskan pengaruh nisbah penyalut:bahan isian terhadap karakteristik mikrokapsul minyak kaya asam lemak ω -3.

METODOLOGI

Bahan dan alat

Bahan baku yang digunakan adalah minyak kaya asam lemak ω -3 yang dibuat dari hasil samping penepungan ikan lemuru dengan metode pemadatan cepat pada kondisi optimum dari hasil penelitian sebelumnya (Estiasih *et al.* 2006). Minyak hasil samping penepungan ikan lemuru diperoleh pada Bulan Desember dari PT Blambangan Raya – Muncar – Banyuwangi. Bahan penyalut yang digunakan adalah natrium kaseinat teknis (Sigma Co.).

Bahan-bahan kimia yang digunakan adalah standar asam lemak (C12:0, C14:0, C16:0, C18:0, C18:1 ω -9, C18:2 ω -6, C18:3 ω -3, C20:0, C20:4 ω -6, C20:5 ω -3, C22:6 ω -3), standar internal asam lemak (C21:0) (Sigma Co.), aseton (teknis); etanol, kloroform, petroleum eter, heksana, asam asetat glasial, metanol (p.a.) dari T.J. Baker, HCl (p.a. Merck), NaOH, KOH, asam oksalat, KI, pati, p-anisidin, natrium tiosulfat (p.a.) dari Sigma Co., akuades, kertas saring Whatman No.1, gas hidrogen, gas nitrogen, gas helium (PT Aneka Gas–Yogyakarta), dan es kering (PT Fujigas-Surabaya).

Peralatan yang digunakan adalah *homogenizer*, pengering semprot (Buchi *mini spray dryer* 190), termometer digital (Barigo Thermo Chip 905), vortex (Hettich EBA-8), *hot plat* (Labinco 132), pengaduk magnet LH (Velp Scientica), sentrifusa (TSSU), *freezer* (Deaby), kromatografi gas (GC-14B, Shimadzu), *integrator* (Chromatopac C-RGA, Shimadzu), neraca analitik, alat-alat gelas, pengaduk magnet, *rotavapor* (Buchi), dan spektrofotometer.

Preparasi mikrokapsul

Pembuatan mikrokapsul dilakukan sebagai berikut: natrium kaseinat dilarutkan dalam air panas (100 °C) sehingga diperoleh konsentrasi 10 % (b/v). Setelah didinginkan, minyak kaya asam lemak ω -3 dicampurkan sehingga diperoleh nisbah penyalut:bahan isian 2:1; 3:1; 4:1; 5:1, dan 6:1 (b/b) dan kemudian dihomogenisasi pada 2000 rpm selama 15 menit. Emulsi kemudian dikeringkan dengan pengeringan semprot pada suhu *inlet* 130 °C dan suhu *outlet* 72 °C dengan kecepatan aliran 5 ml/detik.

Karakterisasi mikrokapsul

Mikrokapsul yang diperoleh dikarakterisasi meliputi rendemen; efisiensi mikroenkapsulasi dan proporsi minyak

permukaan (Young *et al.* 1993ab); tingkat oksidasi yaitu bilangan peroksida (AOCS, 1989), bilangan anisidin (IUPAC, 1979), dan bilangan total oksidasi (IUPAC, 1979); kadar asam lemak bebas (AOCS, 1989); kadar asam lemak ω -3 (kadar EPA, DHA, EPA+DHA), retensi asam lemak ω -3 (retensi EPA, DHA, EPA+DHA) dengan metilasi dilakukan sesuai metode Christopherson dan Glass (1969) menggunakan standar internal C21:0.

Penentuan retensi asam lemak ω -3 ditentukan dengan perhitungan sebagai berikut:

$$\frac{\text{Berat asam lemak } \omega - 3 \text{ dalam mikrokapsul}}{\text{Berat asam lemak } \omega - 3 \text{ dalam minyak angdimikroenkapsul}} \times 100\%$$

Analisis data

Rancangan percobaan yang digunakan adalah Rancangan Acak Lengkap satu faktor dengan tiga kali ulangan. Data yang diperoleh dilakukan analisis ragam dilanjutkan dengan uji Duncan jika diperlukan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Minyak kaya asam lemak ω -3

Minyak kaya asam lemak ω -3 dibuat dari minyak hasil samping penepungan ikan lemuru dengan komposisi asam lemak dan karakteristik kedua minyak tersebut dapat dilihat pada Tabel 1.

Dibandingkan dengan standar minyak ikan untuk konsumsi (*food grade fish oil*) dari *International Association of Fishmeals and Oils Manufacturers*, parameter mutu minyak kaya asam lemak ω -3 yang menunjukkan tingkat oksidasi yaitu bilangan peroksida, anisidin, dan total oksidasi telah memenuhi standar mutu. Bilangan peroksida menunjukkan tingkat oksidasi yang baru terjadi sebagai produk oksidasi primer (Dugan Jr., 1996). Bilangan anisidin menunjukkan tingkat oksidasi yang telah lalu yang merupakan produk oksidasi sekunder hasil degradasi dari produk oksidasi primer (IUPAC, 1979). Bilangan totoks merupakan indikator dari tingkat total oksidasi baik yang baru terjadi maupun yang telah lalu (IUPAC, 1979). Dapat disimpulkan bahwa minyak kaya asam lemak ω -3 yang diproses dari hasil samping penepungan ikan lemuru layak untuk dikonsumsi berdasarkan standar mutu tersebut.

Tabel 1 Karakteristik minyak dan minyak kaya asam lemak ω -3 dari hasil samping penepungan ikan lemuru

Karakteristik	Minyak hasil samping penepungan	Minyak kaya asam lemak ω -3
Komposisi asam lemak (%) ^a		
C14:0	13.20	8.58
C14:1	0.84	0.55
C16:0	27.00	17.28
C16:1	15.70	18.83
C18:0	5.63	5.48
C18:1	4.76	4.42
C18:2	6.34	4.53
C18:3	0.90	1.01
C20:0	0.47	0.62
EPA	14.82	20.51
C20:1	1.44	3.39
DHA	7.00	9.49
C22:0	1.60	0.16
C22:1	0.32	1.98
EPA+DHA	21.82	29.99
Kadar EPA (mg/g) ^b	54.43	119.97
Kadar DHA (mg/g) ^b	31.80	55.31
Kadar EPA+DHA (mg/g) ^b	86.23	175.48
Kadar asam lemak bebas ^c	3.89	6.02
Bilangan peroksida (mek/kg) ^d	5.37	7.58
Bilangan anisidin ^e	34.46	32.67
Bilangan totoks ^f	45.20	47.83

^a Persentase relatif luas area puncak asam lemak terhadap total luas area puncak asam lemak yang teridentifikasi dalam kromatogram

^b Kuantifikasi berdasarkan standar internal C21:0

Standar mutu *International Association of Fishmeals and Oils Manufacturers* untuk asam lemak bebas 1-7%(c), bilangan peroksida 3-20 meq/kg (d), bilangan anisidin 4-60 (e), dan bilangan total oksidasi 10-60.

Proses pemadatan cepat meningkatkan kadar EPA+DHA dari 86.23 menjadi 175.48 mg/g. Berbeda dengan penelitian sebelumnya (Estiasih *et al.* 2006), pada penelitian ini dilakukan pengukuran kadar EPA+DHA secara kuantitatif dengan menggunakan standar internal asam lemak C21:0. Dengan membandingkan jumlah C21:0 yang diinjeksikan pada kromatografi gas dan luas area puncak asam lemak tersebut, kadar EPA dan DHA dapat ditentukan. Tingkat pengayaan EPA+DHA adalah 2.04 kali sedangkan penelitian sebelumnya (Estiasih *et al.* 2006) tingkat pengayaan berdasarkan kuantitas relatif (metode normalisasi standar) adalah 1.81 kali. Penentuan secara kuantitatif berdasarkan standar internal lebih akurat karena menentukan jumlah EPA dan DHA sesungguhnya yang ada dalam sampel.

Efisiensi mikroenkapsulasi

Efisiensi mikroenkapsulasi merupakan metode untuk mengukur keefektifan proses mikroenkapsulasi. Peningkatan konsentrasi penyalut menyebabkan peningkatan efisiensi mikroenkapsulasi (Gambar 1a) yang berkaitan dengan pembentukan lapisan penyalut pada permukaan bahan isian sebelum pembentukan lapisan yang mengeras (*crust*) selama pengeringan yang lebih tebal (Young *et al.* 1993a). Menurut Garg *et al.* (2006), selama pengeringan semprot sejumlah minyak dapat bermigrasi pada permukaan partikel mikrokapsul. Konsentrasi penyalut yang tinggi menyebabkan migrasi bahan isian menuju permukaan mikrokapsul menjadi rendah.

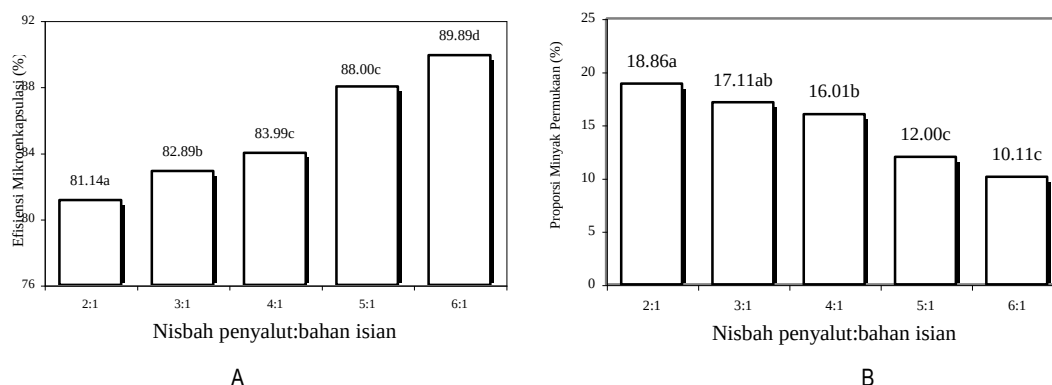
Lin *et al.* (1995) menyatakan bahwa stabilitas emulsi sebelum pengeringan mempengaruhi struktur dinding mikrokapsul, sehingga mempengaruhi migrasi minyak menuju permukaan mikrokapsul. Struktur dinding yang kompak dapat mencegah minyak dari oksidasi. Rosenberg *et al.* (1985) menyatakan bahwa proteksi terhadap bahan isian berhubungan dengan porositas dan integritas dinding mikrokapsul. Konsentrasi enkapsulan yang tinggi menyebabkan migrasi bahan isian menuju permukaan mikrokapsul menjadi rendah. Peningkatan efisiensi mikroenkapsulasi karena peningkatan konsentrasi

enkapsulan ini disebabkan oleh pembentukan dinding mikrokapsul di sekeliling bahan isian yang lebih tebal (Young *et al.* 1993a).

Natrium kaseinat berfungsi sebagai pengemulsi yang menyalut globula lemak selama proses homogenisasi. Berbagai faktor mempengaruhi kestabilan emulsi diantaranya fraksi minyak (Srinivasan *et al.* 1996). Fraksi minyak yang semakin rendah dengan meningkatnya nisbah penyalut:bahan isian diduga menyebabkan emulsi lebih stabil. Menurut Srinivasan *et al.* (1996) lapisan ganda protein dapat terbentuk dalam sistem emulsi dengan konsentrasi minyak rendah. Peningkatan konsentrasi minyak menyebabkan protein yang teradsorpsi menyebar membentuk lapisan yang lebih tipis (Young *et al.* 1993a). Akibatnya minyak lebih mudah mengalami migrasi menuju permukaan mikrokapsul.

Pada penelitian ini, proporsi minyak pada permukaan mikrokapsul berkisar 10-19% (Gambar 1b). Adanya minyak pada permukaan mikrokapsul menurunkan daya hidrasi mikrokapsul, dispersibilitasnya dalam air (Faldt dan Bergenstahl, 1995), dan stabilitas mikrokapsul (Wagner dan Warthesen, 1995). Minyak yang ada di permukaan mikrokapsul bersifat rentan terhadap oksidasi karena kontak langsung dengan oksigen dan tidak ada matriks penyalut yang melindungi. Minyak yang ada di permukaan mikrokapsul bersifat lebih tidak jenuh dibandingkan minyak pada bagian dalam mikrokapsul (Estiasih, 2003).

Pada saat pengeringan semprot, droplet emulsi yang berisi globula-globula lemak yang disalut natrium kaseinat mengalami proses pengerasan atau pembentukan lapisan yang mengeras (*crust*). Menurut Young *et al.* (1993ab), peningkatan konsentrasi penyalut menyebabkan peningkatan efisiensi mikroenkapsulasi yang disebabkan pengaruh ketebalan lapisan di sekeliling droplet selama pengeringan. Kadar penyalut yang lebih tinggi juga berkaitan dengan lebih sedikit bahan isian yang bermigrasi menuju permukaan mikrokapsul pada tahap awal pengeringan. Akibatnya peningkatan nisbah penyalut:bahan isian menyebabkan peningkatan efisiensi mikroenkapsulasi.

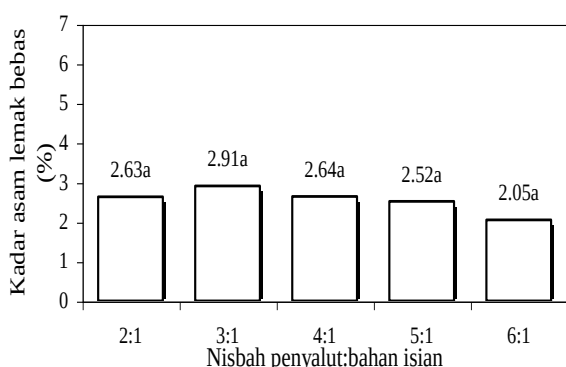


Gambar 1 Efisiensi mikroenkapsulasi (A) dan proporsi minyak permukaan mikrokapsul (B) pada berbagai nisbah penyalut:bahan isian (Huruf yang sama menunjukkan tidak berbeda nyata pada taraf $\alpha=0.05$)

Kadar asam lemak bebas

Kadar asam lemak bebas merupakan indikator tingkat hidrolisis trigliserida dalam minyak ikan. Asam lemak bebas mempunyai stabilitas terhadap oksidasi yang lebih rendah dibandingkan bentuk trigliserida sehingga keberadaannya dalam produk berlemak biasa diukur. Peningkatan asam lemak bebas menyebabkan peningkatan kerentanan terhadap oksidasi dan produk oksidasi yang terbentuk berpotensi menimbulkan bau.

Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa peningkatan nisbah penyalut: bahan isian tidak menyebabkan perubahan kadar asam lemak bebas mikrokapsul (Gambar 2). Kadar asam lemak bebas dalam minyak kaya asam lemak ω -3 yang dimikroenkapsulasi adalah 6.02 %. Semakin tinggi nisbah penyalut: bahan isian proporsi minyak yang digunakan semakin rendah tetapi tidak menyebabkan penurunan kadar asam lemak bebas.



Gambar 2 Kadar asam lemak bebas mikrokapsul pada berbagai nisbah penyalut: bahan isian (Huruf yang sama menunjukkan tidak berbeda nyata pada taraf $\alpha=0.05$)

Asam lemak bebas dapat terhidrolisis dari struktur trigliserida dengan adanya air, kondisi tertentu seperti adanya enzim, panas, dan bahan kimia tertentu (Dugan Jr., 1996; Gunstone, 1996). Selama emulsifikasi terjadi kontak minyak dengan air dan pada proses pengeringan semprot terjadi proses pemanasan yang diduga dapat menyebabkan hidrolisis asam lemak dari struktur trigliserida. Akibatnya kadar asam lemak bebas mikrokapsul tidak berubah walaupun proporsi minyak yang digunakan menurun.

Tingkat oksidasi

Tingkat oksidasi mikrokapsul yang dianalisis mengacu pada standar *International Association of Fishmeals and Oils Manufacturers* untuk minyak ikan untuk konsumsi yaitu bilangan peroksida, bilangan anisidin, dan bilangan total oksidasi (totoks) (Bimbo, 1998).

Bilangan peroksida menunjukkan produk oksidasi primer sedangkan bilangan anisidin menunjukkan produk oksidasi sekunder. Menurut Moreau dan Rosenberg (1996) pembentukan produk oksidasi sekunder berasal dari produk oksidasi primer yang sebelumnya telah ada dan selama preparasi mikrokapsul terdekomposisi menjadi produk oksidasi sekunder. Minyak hasil samping penepungan yang

dibuat mikrokapsul selama penepungan mengalami pemanasan sehingga mengalami oksidasi dengan tingkat oksidasi dapat dilihat pada Tabel 1. Menurut Lin *et al.* (1995), minyak yang telah teroksidasi lebih mudah terdegradasi dibandingkan minyak segar.

Peningkatan nisbah penyalut: bahan isian menyebabkan penurunan tingkat oksidasi mikrokapsul (Gambar 3). Penurunan tersebut terutama disebabkan penurunan proporsi minyak yang dimikroenkapsulasi sehingga produk oksidasi lemak mengalami penurunan karena minyak yang dimikroenkapsulasi telah mengandung produk oksidasi lemak. Selama proses mikrokapsulasi ada kemungkinan terjadi proses oksidasi. Homogenisasi yang dilakukan sebelum pengeringan semprot menyebabkan sejumlah oksigen terperangkap dalam sistem emulsi akibat agitasi mekanis selama homogenisasi.

Minyak dalam sistem emulsi berbentuk globula lemak yang diselubungi oleh protein yang berfungsi sebagai pengemulsi. Beberapa penelitian menunjukkan bahwa proses oksidasi pada sistem emulsi dipengaruhi oleh konsentrasi protein (Shen *et al.* 2005) dan struktur emulsi (Ambrosone *et al.* 2006). Dalam bentuk emulsi minyak lebih terproteksi dari proses oksidasi dibandingkan dalam bentuk curah (Shen *et al.* 2005). Proses oksidasi terjadi sebelum globula lemak disalut oleh protein yang ditunjukkan pada Tabel 1.

Semakin rendah proporsi minyak dalam sistem emulsi (nisbah penyalut: bahan isian semakin meningkat) jumlah globula minyak yang terbentuk semakin sedikit sehingga ketersediaan protein untuk menyalut globula lemak tersebut semakin tinggi. Hasil penelitian Shen *et al.* (2005) menunjukkan bahwa konsentrasi protein dalam sistem emulsi yang lebih tinggi lebih mampu memproteksi minyak ikan dari proses oksidasi dibandingkan konsentrasi protein rendah. Hal ini berkaitan dengan ketebalan dinding mikrokapsul yang lebih tebal. Proses pengeringan semprot menggunakan suhu tinggi yang dapat memacu proses oksidasi. Semakin tebal dinding mikrokapsul, minyak ikan lebih terlindungi dari proses oksidasi.

Menurut Kagami *et al.* (2003) nisbah natrium kaseinat: minyak ikan harus optimum untuk mendapatkan mikrokapsul yang stabil terhadap oksidasi. Porositas matriks dinding mikrokapsul dipengaruhi oleh nisbah penyalut: bahan isian yang digunakan. Porositas tersebut berkorelasi dengan stabilitas oksidasi mikrokapsul. Diduga peningkatan nisbah penyalut: bahan isian menyebabkan struktur matriks kaseinat dalam dinding mikrokapsul lebih kompak dan kurang porous sehingga sifat protektif dinding mikrokapsul meningkat.

Kadar dan retensi asam lemak ω -3

Semakin tinggi nisbah penyalut: bahan isian, kadar asam lemak ω -3 mikrokapsul semakin menurun (Gambar 4). Penurunan tersebut disebabkan proporsi minyak yang dimikroenkapsulasi semakin menurun.

Kerusakan minyak selama proses mikrokapsulasi terutama terjadi pada asam lemak ω -3 sebagai asam lemak yang paling tidak jenuh dalam minyak

ikan. Walaupun tingkat oksidasi menurun dengan meningkatnya nisbah penyalut:bahan isian sehingga asam lemak ω -3 lebih terproteksi dari proses oksidasi, tetapi faktor yang lebih mempengaruhi penurunan kadar asam lemak tersebut adalah proporsi minyak kaya asam lemak ω -3 dalam mikrokapsul. Fenomena ini didukung oleh retensi asam lemak ω -3 dalam mikrokapsul yang tidak berubah akibat peningkatan nisbah penyalut:bahan isian (Gambar 5).

Jika dibandingkan antar jenis asam lemak ω -3, kadar EPA dalam mikrokapsul lebih tinggi dibandingkan DHA. Hal ini disebabkan kadar EPA dalam minyak kaya asam lemak ω -3 jauh lebih tinggi dibandingkan kadar DHA. Pada proses pemadatan cepat tingkat pengayaan EPA lebih tinggi dari DHA (Estiasih *et al.* 2006) dan kadar EPA dalam minyak ikan lemuru lebih tinggi dari DHA. Menurut Howe *et al.* (2002), umumnya minyak ikan mempunyai kadar EPA yang lebih tinggi dari DHA kecuali minyak ikan tuna.

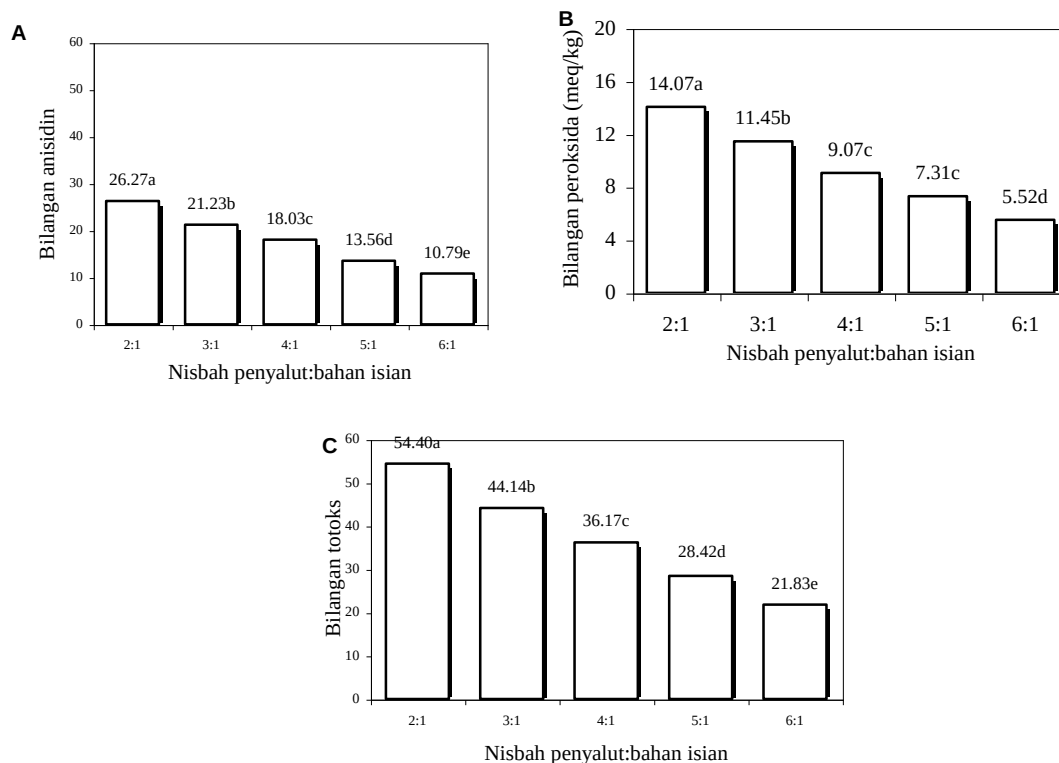
Proses mikroenkapsulasi menyebabkan penurunan kadar EPA dan DHA mikrokapsul yang ditunjukkan oleh parameter retensi asam lemak ω -3. Nilai retensi asam lemak ω -3 tidak dapat mencapai 100% sebagai nilai retensi ideal yang berarti tidak ada pengurangan jumlah asam lemak ω -3 selama proses mikroenkapsulasi. Proses mikroenkapsulasi yang ideal harus dapat mencegah kehilangan bahan isian selama proses (Young *et al.* 1993a).

Retensi EPA lebih tinggi dibandingkan DHA yang disebabkan DHA lebih banyak teroksidasi atau mengalami pelepasan menuju permukaan mikrokapsul dibandingkan

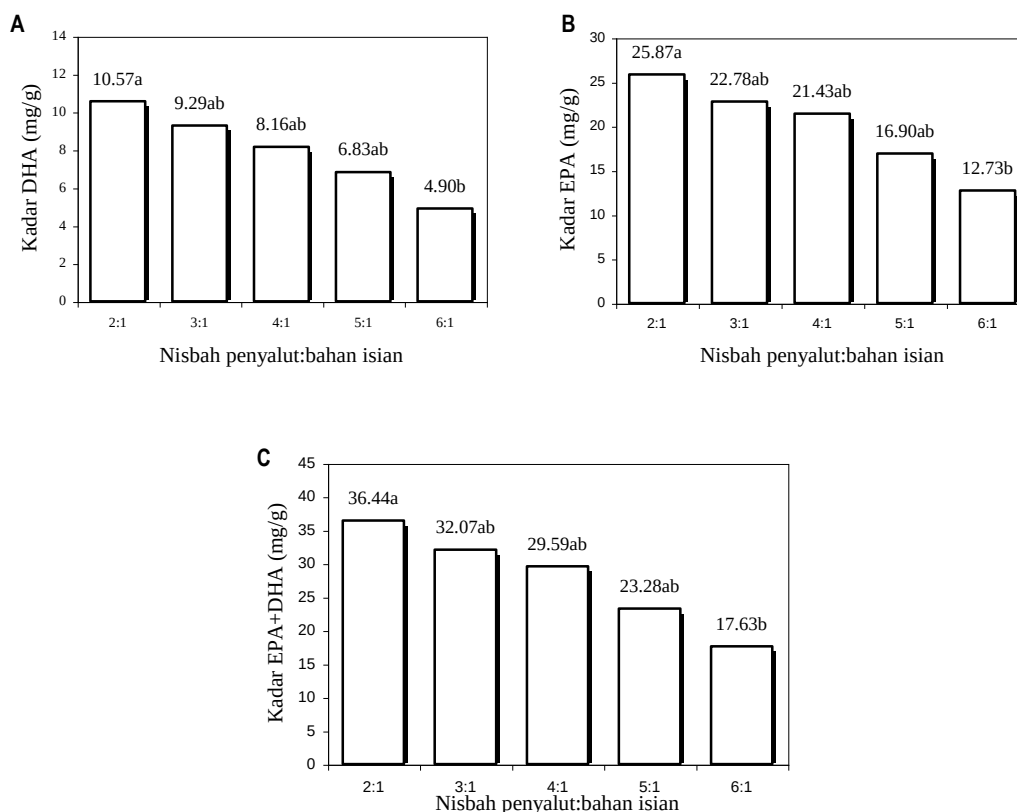
EPA akibat ketidakjenuhan yang lebih tinggi. Hasil penelitian Faldt dan Bergenstahl (1995) menunjukkan bahwa lemak yang lebih tidak jenuh lebih mudah mengalami pelepasan menuju permukaan mikrokapsul dibandingkan minyak yang lebih jenuh. Menurut Shen *et al.* (2005) mobilitas minyak yang lebih tidak jenuh lebih tinggi dibandingkan minyak jenuh. Akibatnya DHA kemungkinan lebih mudah menuju permukaan mikrokapsul dan mengalami proses oksidasi sehingga retensi EPA lebih tinggi dibandingkan DHA.

Nisbah penyalut:bahan isian tidak mempengaruhi retensi asam lemak ω -3 baik EPA, DHA, maupun EPA+DHA (Gambar 5). Jika dibandingkan dengan jumlah asam lemak ω -3 awal yang dibuat mikrokapsul, jumlah asam lemak ω -3 yang dapat dipertahankan (retensi) tersebut tidak dipengaruhi oleh nisbah penyalut:bahan isian. Retensi asam lemak ω -3 menunjukkan besarnya penurunan asam lemak tersebut.

Jika dibandingkan dengan tingkat oksidasi, peningkatan nisbah penyalut:bahan isian menyebabkan penurunan tingkat oksidasi sehingga kemungkinan proses oksidasi terhadap asam lemak ω -3 menjadi menurun pula. Menurut Young *et al.* (1993a) retensi bahan isian dipengaruhi oleh sifat-sifat emulsi dan kondisi pengeringan. Kecepatan pengeringan yang tinggi menyebabkan pembentukan lapisan yang mengeras disekeliling droplet bahan isian berlangsung secara cepat sehingga retensi bahan isian menjadi tinggi.



Gambar 3 Tingkat oksidasi mikrokapsul berdasarkan bilangan anisidin (A), bilangan peroksida (B) dan bilangan total oksidasi (C) pada berbagai nisbah penyalut:bahan isian (Huruf yang sama menunjukkan tidak berbeda nyata pada taraf $\alpha=0.05$)



Gambar 4 Kadar DHA (A), EPA (B), dan EPA+DHA (C) mikro kapsul pada berbagai nisbah penyalut:bahan isian (Huruf yang sama menunjukkan tidak berbeda nyata pada taraf $\alpha=0.05$)

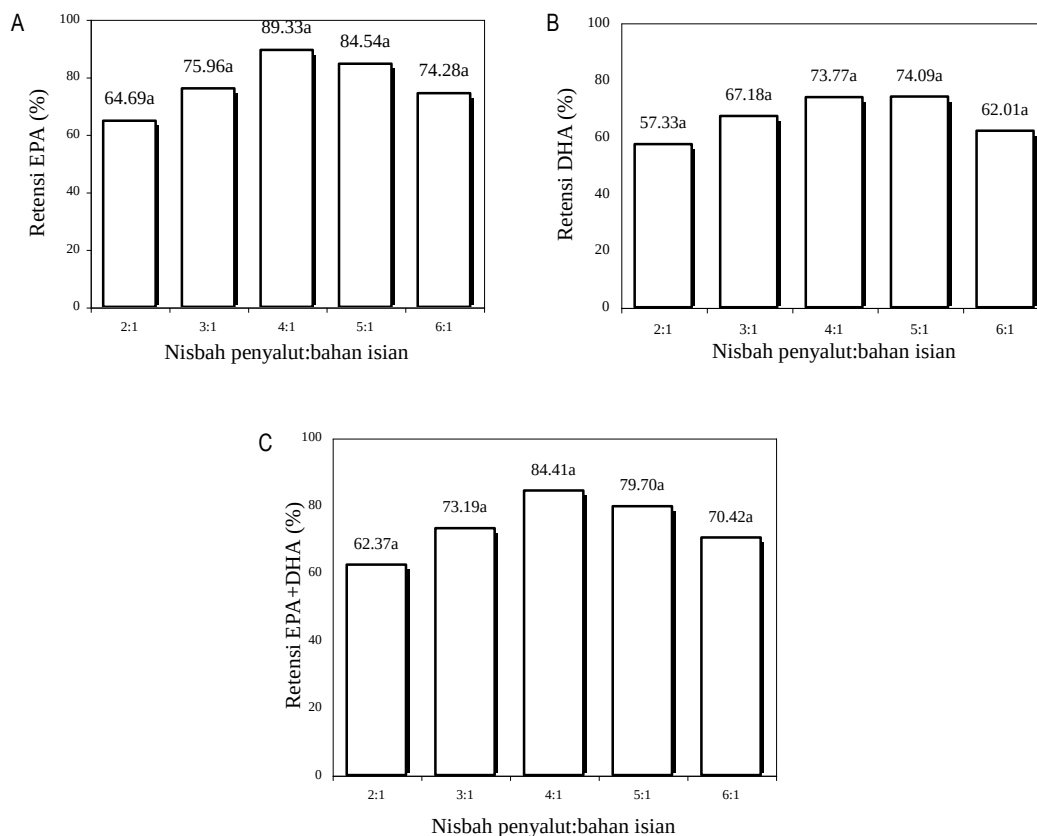
Pada kenyataannya retensi asam lemak ω -3 tidak berubah. Diduga walaupun peningkatan nisbah penyalut:bahan isian menurunkan peluang oksidasi terhadap asam lemak ω -3, oksidasi tetap terjadi dan jika dibandingkan dengan jumlah asam lemak ω -3 awal perubahan tersebut tidak signifikan. Selain itu, faktor-faktor yang mempengaruhi retensi bahan isian seperti kecepatan pengeringan dan suhu proses tidak berbeda sehingga retensi asam lemak ω -3 tidak berubah.

Rendemen

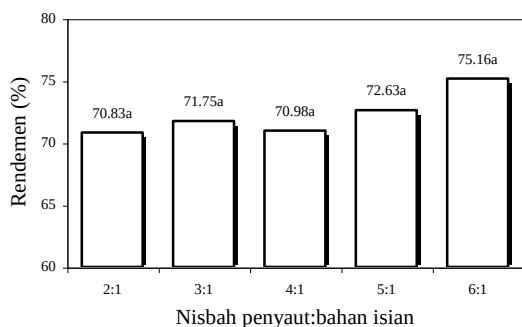
Rendemen diukur sebagai persentase berat mikro kapsul yang dihasilkan terhadap berat penyalut dan bahan isian. Parameter rendemen perlu diukur sebagai variabel yang menentukan kelayakan ekonomi proses produksi mikro kapsul minyak kaya asam lemak ω -3. Nilai rendemen yang ideal adalah 100 % tetapi pada kenyataannya rendemen yang diperoleh dari berbagai nisbah penyalut:bahan isian berkisar antara 70.83-75.16 %. Pada proses mikroenkapsulasi menurut Young *et al.* (1993a) dapat terjadi kehilangan bahan isian selama pengeringan. Bahan isian yang ada di permukaan globula minyak dalam emulsi meninggalkan *atomizer* atau bahan isian yang bermigrasi menuju permukaan meninggalkan permukaan partikel sebelum pembentukan lapisan yang mengeras.

Kemungkinan terjadi pergerakan internal bahan isian sebelum pembentukan lapisan yang mengeras.

Peningkatan nisbah penyalut:bahan isian tidak menyebabkan perubahan rendemen mikro kapsul yang diperoleh (Gambar 6). Walaupun peningkatan nisbah penyalut:bahan isian menyebabkan penurunan proporsi minyak permukaan, proporsi minyak pada permukaan mikro kapsul ini ternyata tidak mempengaruhi rendemen. Padahal menurut Young *et al.* (1993a) peningkatan proporsi lemak menyebabkan rekoveri mikro kapsul dari pengering semprot menjadi sulit karena bersifat lengket. Pada penelitian ini proporsi minyak permukaan mikro kapsul berkisar antara 10.11–18.86 %. Kisaran proporsi tersebut kemungkinan tidak menyebabkan perbedaan tingkat rekoveri mikro kapsul sehingga rendemen tidak berbeda nyata.



Gambar 5 Retensi EPA (A), DHA (B), dan EPA+DHA (C) pada berbagai nisbah penyalut:bahan isian (Huruf yang sama menunjukkan tidak berbeda nyata pada taraf $\alpha=0.05$)



Gambar 6 Rendemen mikrokapsul pada berbagai nisbah penyalut:bahan isian (Huruf yang sama menunjukkan tidak berbeda nyata pada taraf $\alpha=0.05$)

KESIMPULAN

Peningkatan nisbah penyalut: bahan isian menyebabkan peningkatan efisiensi mikroenkapsulasi sedangkan proporsi minyak permukaan, kadar asam lemak ω -3, dan tingkat oksidasi menurun. Perlakuan nisbah penyalut:bahan isian tidak mempengaruhi retensi asam lemak ω -3, rendemen, dan kadar asam lemak bebas.

Perubahan karakteristik mikrokapsul berkaitan dengan pelapisan natrium kaseinat yang lebih baik pada nisbah penyalut:bahan isian yang tinggi.

UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terima kasih disampaikan kepada DP2M-Dikti atas dana Penelitian Hibah Bersaing XIII(2) tahun 2006, Sdri. Amalia Farra Sabrina atas bantuannya selama penelitian, dan Prof. Mien A. Rifai atas pendampingannya pada Pelatihan Penulisan Artikel Ilmiah Terpusat – DP2M – Dikti Tahun 2007.

DAFTAR PUSTAKA

- Ambrosone L, Cinelli G, Mosca M and Ceglie A. 2006. Susceptibility of water-emulsified extra virgin olive oils to oxidation. *J Am Oil Chem Soc* 83: 165-170.
- AOCS. 1989. *Official Methods and Recommended Practices of the American Oil Chemistry Society*. Ed ke-4. Champaign, Illinois: Broadmaker Drive.
- Baik MY, Suhendro EL, Nawar WW, McClements DJ, Decker EA and Chinachoti P. 2004. Effects of

- antioxidants and humidity on the oxidative stability of microencapsulated fish oil. *J Am Oil Chem Soc* 81(4): 355-360.
- Basu H, Pernecky S, Sengupta A and Liepa GU. 2006. Coronary heart disease: how do the benefits of ω -3 fatty acids compare with those of aspirin, alcohol/red wine, and statin drugs?. *J Am Oil Chem Soc* 83(12): 985-997.
- Bimbo AP. 1998. Guidelines for characterizing food-grade fish oil. *INFORM* 9(5): 473-483.
- Cerdeira M, Palazolo GG, Candal RJ and Herera ML. 2007. Factors affecting initial retention of a microencapsulated sunflower seed oil/milk fat fraction blend. *J Am. Oil Chem Soc* 84: 523-531.
- Christopherson LW and Glass RL. 1969. Preparation of milk fat methyl ester by alcoholysis in an essentially non alcoholic solution. *J Dairy Sci* 52: 1289.
- Connor WE and Connor SL. 2007. The importance of fish and docosahexaenoic acid in Alzheimer disease. *Am J Clin Nutr* 85(4): 929-930.
- Crawford MA., Bloom M, Broadhurst CI, Schmidt WF, Cunnane SC, Galli C, Gehbreneskel K, Linseisen F, Llyod-Smith J and Parkington J. 1999. Evidence for the unique function of docosahexaenoic acid during the evolution of the modern hominid brain. *Lipids* 34: S39-S45.
- Djordjevic D, McClements DJ and Decjer EA. 2004. Oxidative stability of whey protein-stabilized oil-in-water emulsions at pH 3: Potential omega-3 fatty acid delivery systems (Part B). *J Food Sci* 69(5): C356-362.
- Dugan Jr, LR. 1996. Lipids. In: Fennema OR, editor. *Food Science: A Series of Monographs*. USA: Marcel Dekker Inc.
- Estiasih T. 2003. Peran natrium kaseinat dan fosfolipida dalam emulsifikasi dan mikroenkapsulasi trigliserida kaya asam lemak ω -3 [disertasi]. Yogyakarta: Program Pascasarjana, Universitas Gadjah Mada.
- Estiasih T dan Ahmadi K. 2004. Hubungan antara sifat-sifat emulsifikasi dengan stabilitas oksidasi mikrokapsul yang dihasilkan dengan metode pengeringan semprot. *Jurnal Teknologi Pertanian* 5(1): 35 – 47.
- Estiasih T, Adnan M, Tranggono, dan Suparmo. 2005. Pengaruh komposisi lapisan pada permukaan globula minyak emulsi sebelum pengeringan semprot terhadap sifat-sifat mikrokapsul trigliserida kaya asam lemak ω -3. *Jurnal Teknologi dan Industri Pangan* XVI(1): 13-23.
- Estiasih T, Nisa FC, dan Ahmadi K. 2006. Optimasi pemadatan cepat pada pembuatan minyak kaya asam lemak ω -3 dari hasil samping penepungan ikan lemuru (*Sardinella longiceps*). *Agritek* 14(3): 681-694.
- Faldt P and Bergenstahl B. 1995. Fat encapsulated in spray-dried food powders. *J Am Oil Chem Soc* 72(2): 171-176.
- Garg ML, Wood LG, Singh H and Moughan PJ. 2006. Means of delivering recommended levels of long chain n-3 polyunsaturated fatty acids in human diets. *J Food Sci* 71(5): R66.
- Ghafoorunissa AI, Rajkumar L and Acharya V. 2005. Dietary (n-3) long chain polyunsaturated fatty acids prevent sucrose-induced insulin resistance in rats. *J Nutrition* 135:2634-2638.
- Gunstone FD. 1996. *Fatty Acid and Lipids Chemistry*. Great Britain: Blackie Academic & Professional.
- Hardman WE. 2002. Omega-3 fatty acids to augment cancer therapy. *J Nutrition* 132: 3508S-3512S.
- Hardman WE. 2004. (n-3) fatty acids and cancer therapy. *J Nutrition* 134: 3427S-3430S.
- Hashimoto M, Tanabe Y, Fujii Y, Kikuta T, and Shido HO. 2005. Chronic administration of docosahexaenoic acid ameliorates the impairment of spatial cognition learning ability in amyloid β -infused rats. *J Nutrition* 135: 549-555.
- Hogan SA, McNamee BF, O'Riordan ED and O'Sullivan M. 2001. Microencapsulating properties of whey protein concentrate 75. *J Food Sci* 66(5): 675-680.
- Högström M, Nordström P and Nordström A. 2007. n-3 Fatty acids are positively associated with peak bone mineral density and bone accrual in healthy men: the NO₂ Study. *Am J Clin Nutr* 85(12): 803–807.
- Howe, PRC, Downing JA, Grenyer BFS, Grigoris-Deane EM and Bryden WL. 2002. Tuna fishmeal as source of DHA for n-3 PUFA enrichment of pork, chicken, and eggs. *Lipids* 37: 1067-1076.
- IUPAC. 1979. *Standard Methods for the Analysis of Oils, Fats, and Derivatives*. Ed ke-6. British: Pergamon Press.
- Jolly CA, Muthukumar A, Avula CPR, Troyer D and Fernandes G. 2001. Autoimmune-prone (NZBXNZW) (1) mice fed a diet enriched with (n-3) fatty acids. *J Nutrition* 131: 2753-2760.
- Jónsdóttir RM, Bragadóttir M and Arnarson GÖ. 2005. Oxidatively derived Volatile compounds in microencapsulated fish oil monitored by solid-phase microextraction (SPME). *J Food Sci* 70(7): C433-440.

- Kagami YSS, Fujishima N, Matsuda K and Matsumura Y. 2003. Oxidative stability, structure, and physical characteristics of microcapsules formed by spray drying of fish oil with protein and dextrin wall materials. *J Food Sci* 68(7): 2248-2255.
- Leitzman MF *et al.* 2004. Dietary intake of n-3 and n-6 fatty acids and the risk of prostate cancer. *Am Clin J Nutr* 80: 204-216.
- Lin CC, Lin SY and Hwang LS. 1995. Microencapsulation of squid oil with hydrophilic macromolecules for oxidative and thermal stabilization. *J Food Sci* 60(1): 36-39.
- Lyberg AM, Fasoli E and Adlercreutz P. 2005. Monitoring the oxidation of docosahexaenoic acid in lipids. *Lipids* 40: 969-979.
- Moreau DL and Rosenberg M. 1996. Oxidative stability of anhydrous milkfat microencapsulated in whey proteins. *J Food Sci* 61(1): 39-43.
- Mollard RC, Kovacs HR, Fitzpatrick-Wong SC and Weiler HA. 2005. Low Levels of Dietary Arachidonic and Docosahexaenoic Acids Improve Bone Mass in Neonatal Piglets, but Higher Levels Provide No Benefit. *J Nutrition* 135:505-512.
- Magdassi S and Vinetsky Y. 1996. Microencapsulation of Oil-in-Water Emulsions by Proteins. In: Benita S, editor. *Microencapsulation: Methods and Industrial Application*. New York: Marcel Dekker Inc.
- Mori TA, Bao DQ, Burke V, Puddey IE, Watts GF and Beilin LJ. 1999. Dietary fish as a major component of a weight-loss diet: effect on serum lipids, glucose, and insulin metabolism in overweight hypertensive subjects. *Am J Clin Nutr* 70(5): 817-825.
- Onwulata CI, Smith PW and Holsinger VH. 1994. Physical properties of encapsulated spray-dried milkfat. *J Food Sci* 59(2): 316-320.
- Rosenberg M, Kopelman IJ and Talmon Y. 1985. A scanning electron microscopy study of microencapsulation. *J Food Sci* 50: 139-144.
- Rotstein NP, Avedalno MI and Politi LE. 1999. Essentiality of docosahexaenoic acid in retina photoreceptor cell development. *Lipids* 34: S115.
- Sauer LA, Dauchy RT, Blask DE, Krause JA, Davidson LK, and Dauchy EM. 2005. Eicosapentaenoic acid suppresses cell proliferation in MCF-7 human breast cancer xenografts in nude rats via a pertussis toxin-sensitive signal transduction pathway. *J Nutrition* 135: 2124-2129.
- Schaefer EJ *et al.* 2006. Plasma phosphatidylcholine docosahexaenoic acid content and risk of dementia and Alzheimer disease. *Arch Neurol* 63:1545-1550.
- Su KP, Shen WW and Huang SY. 2000. Effects of polyunsaturated fatty acids on psychiatric disorders. *Am J Clin Nutr* 72(5): 1241.
- Shen Z, Udabage P, Burgar L and Asgustin MA. 2005. Characterization of fish oil-in-water emulsion using light-scattering, nuclear magnetic resonance, and gas-chromatography headspace analysis. *J Am Oil Chem Soc* 82: 797-802.
- Sheu TY and Rosenberg M. 1995. Microencapsulation by spray drying ethyl caprylate in whey protein and carbohydrate wall system. *J Food Sci* 60(1): 98-103.
- Spector AA. 1999. Essentiality of fatty acids. *Lipids* 34: S1-S3.
- Srinivasan M, Singh H and Munro PA. 1996. Sodium caseinate-stabilized emulsions: factors affecting coverage and composition of surface proteins. *J Agric Food Chem* 44: 3807-3811.
- Tavani A *et al.* 2003. n-3 polyunsaturated fatty acids intake and cancer risk in Italy and Switzerland. *Int J Cancer* 105: 113-116.
- Terry PD, Rohan TE and Wolk A. 2003. Intakes of fish and marine fatty acids and the risks of cancer of the breast and prostate and of other hormone-related cancers: A review of the epidemiologic evidence. *Am J Clin Nutr* 77(3): 532-543.
- Tiemeier H, Tuije HR van, Hofman A, Kilian AJ and Breteler MMB. 2003. Plasma fatty acid composition and depression are associated in the elderly: the Rotterdam study. *Am J Clin Nutr* 78(1): 40-46.
- Uauy R and Hoffman DR. 2000. Essential fat requirements of preterm infants. *Am J Clin Nutr* 71(1): 245S-250S.
- Wagner LA and Warthesen JJ. 1995. Stability of spray-dried encapsulated carrot carotenoids. *J Food Sci* 60(5): 1048-1053.
- Young SL, Sarda X and Rosenberg M. 1993a. Microencapsulating properties of whey proteins. 1. Microencapsulation of anhydrous milkfat. *J Dairy Sci* 76: 2868-2877.
- Young SL, Sarda X and Rosenberg. 1993b. Microencapsulating properties of whey proteins. 2. Combination of whey proteins with carbohydrates. *J Dairy Sci* 76: 2878-2885.