

Penelitian/Research

**PENGARUH TINGKAT KONSENTRASI OLEORESIN DAN KOMPOSISI PENYALUT TERHADAP KARAKTERISTIK MIKROENKAPSULASI OLEORESIN LADA MENGGUNAKAN *SPRAY DRYING***

*The Effect of Oleoresin Concentration Level and Material Compositions for Encapsulating on the Properties of Microencapsulated Pepper Oleoresin by Using Spray Drying*

Agus Sudibyo<sup>(1)</sup> dan Helmud P. Simanjuntak<sup>(2)</sup>

<sup>(1)</sup> Balai Besar Industri Agro (BBIA), Jl. Ir. H. Juanda No. 11 Bogor 16122

<sup>(2)</sup> Akademi Kimia Analisis Bogor (AKAB), jl. Pangeran Sogiri 283, Bogor 16710

**ABSTRACT:** *Research on the effect of black pepper oleoresin concentration and encapsulating material compositions on the properties of microencapsulated pepper oleoresin has been conducted. Oleoresin was extracted from dried black pepper with ethanol using percolation technique and it was encapsulated in malto-dextrin and sodium caseinate using spray drying equipment. Experiments were performed using complete randomized factorial experimental design with two factors. Factor A oleoresin concentration; i.e.  $A_1 = 10\%$ ,  $A_2 = 15\%$  and  $A_3 = 20\%$  and factor B are maltodextrin to sodium caseinate ratio, i.e.  $B_1 = 90 : 10$  and  $B_2 = 75 : 25$ . The yield, volatile oil retention, piperine content and moisture content were evaluated. It was found that higher solid concentration will increase the retention of volatile oil and piperine content. The best microcapsule properties was obtained from microcapsules product containing oleoresin 10% and malto-dextrin and sodium caseinate at the ratio of 75 : 25 with the yield of 68.75%, volatile oil retention of 2.25%, piperine content of 3.21% and moisture content of 3.75%.*

Keywords : *Pepper, oleoresin, micro-encapsulation, spray drying.*

**PENDAHULUAN**

Oleoresin lada, seperti halnya oleoresin dari rempah lain, merupakan hasil ekstraksi rempah yang memiliki profil flavor atau perisa yang mendekati rempah segar. Menurut Rismunandar (1988), penggunaan oleoresin lada lebih mendapat perhatian para konsumen karena memberikan keuntungan : sifat perisanya yang lengkap, konsisten dan terukur serta pencemaran terhadap mikroorganisme yang membahayakan kesehatan konsumen dapat dihindarkan. Namun, oleoresin mudah mengalami kerusakan (degradasi) akibat adanya pengaruh udara (oksigen), cahaya, air dan suhu yang tinggi, sehingga mempunyai umur simpan yang singkat jika penyimpanannya tidak tepat (Adamiec dan Kalembe, 2006).

Oleoresin mengandung senyawa *fixed oil* dan senyawa yang mudah menguap atau

volatil. Senyawa-senyawa volatilnya berupa minyak atsiri, dan yang non-volatil berupa resin dan gum merupakan komponen utama penyusun oleoresin yang berkontribusi dalam menentukan aroma dan rasa (Azian *et al.*, 2004; Saikh *et al.*, 2006). Dari lada hitam kering, dapat diekstrak sekitar 6,35 – 9,03% oleoresin (Moestafa, 1976) dengan kandungan minyak atsiri 1,0 - 2,40%, dan variasi tergantung dari jenis lada, umur panen dan kondisi ekstraknya (Moestafa, 1989).

Bentuk oleoresin yang kental, lengket dan bersifat tidak larut (*immiscible*) menyebabkan adanya masalah dalam hal penanganan dan penggunaannya dalam makanan. Disamping itu, bila dicampurkan ke dalam bahan makanan yang akan dikeringkan pada suhu proses tinggi, cenderung mengalami kehilangan citarasa atau flavornya (Kanakdande *et al.*, 2007). Pada penyimpanan suhu kamar pun, minyak atsiri pada oleoresin dapat mengalami penguapan yang berakibat

aromanya menjadi berkurang, sehingga oleoresin tersebut perlu ditangani lebih lanjut (Shahidi dan Han, 1993; Gharsallaoui *et al.*, 2007). Oleh karena itu, salah satu cara atau teknik untuk mengatasi permasalahan tersebut adalah dengan cara mikroenkapsulasi (Adamiec *et al.*, 2006).

Mikroenkapsulasi adalah suatu cara atau teknik dimana cairan atau partikel padat ditutup/dibungkus dan dikemas dengan bahan lapisan tipis yang bertindak sebagai pelindung. Bahan inti yang berupa partikel padat atau cair tersebut dijerat dalam senyawa lapisan matriks polimer homogen/heterogen yang berfungsi sebagai dinding pembungkus (Dziezak, 1988; Jackson dan Lee, 1991) dan menghasilkan kapsul kecil (0,2-500  $\mu\text{m}$ ) dengan kegunaan yang beragam (Gharsallaoui *et al.*, 2007).

Bahan dinding pembungkus ini didesain untuk melindungi bahan inti dari faktor-faktor yang bisa menyebabkan kerusakan terhadapnya (Rosenberg *et al.*, 1990) atau sistem bahan pembungkus tersebut untuk melindungi bahan inti dari adanya kerusakan, mengurangi sedikit mungkin penguapan bahan yang mudah menguap, dan membebaskan bahan inti pada kondisi yang terkendali (Shahidi dan Han 1993). Adapun tujuan penyalutan atau pembungkusan bahan aktif ini adalah untuk membentuk penghalang (*barrier*) antara komponen aktif dengan lingkungan sekitar yang merugikan. Penghalang inilah yang akan melindungi bahan aktif dari oksigen, air, cahaya dan kontak dengan bahan lain. Bahan yang terenkapsulasi dapat terlindungi dari reaksi degradatif, kehilangan aroma, bahkan kestabilannya dapat lebih terjaga (Fuchs *et al.*, 2006; Kanakdande *et al.*, 2007; Saikh *et al.*, 2006).

Cara atau metode yang digunakan untuk mikroenkapsulasi yang prosesnya cukup ekonomis, fleksibel dan menggunakan peralatan yang siap pakai adalah dengan menggunakan *spray dryer* (Barbosa *et al.*, 2005). Cara ini sudah dikenal cukup lama dan mempunyai beberapa keuntungan, yaitu : ketersediaan peralatan, biaya proses yang kompetitif, pilihan bahan pengkapsul yang luas, serta menghasilkan suatu partikel dengan tingkat retensi dan kestabilan bahan volatile yang baik (Heath dan Reineccius, 1988; Reineccius, 2004).

Beberapa penelitian mengenai mikroenkapsulasi oleoresin, vitamin, mineral, beberapa jenis enzim telah banyak dilakukan

(Dziezak, 1988; Versic, 1988). Beatus *et al.* (1985), telah meneliti pembuatan mikroenkapsulasi dari oleoresin cabe merah dan melaporkan bahwa komposisi bahan pembungkus yang baik adalah dekstrin, gum arab, sodium caseinat, gelatin dan maltodekstrin DE-15. Kanakdande *et al.* (2007) melaporkan kestabilan mikrokapsul oleoresin "cumin" pada beberapa kombinasi penggunaan gum arab, maltodekstrin dan pati termodifikasi. Mikroenkapsulasi oleoresin bawang dilaporkan oleh Xiang *et al.* (1997) dengan menggunakan bahan penyalut gum; sedang Soottiantawat *et al.* (2005) meneliti pengaruh emulsi dan ukuran bubuk terhadap kestabilan produk enkapsulasi D-limonene.

Menurut Barbosa *et al.* (2005), bahan penyalut yang umum digunakan antara lain : maltodekstrin, gum arab, pati emulsifikasi atau pati termodifikasi, gelatin, sirup glukosa padat dan lain-lain. Maltodekstrin jika digunakan dalam mikroenkapsulasi lalu dikeringkan, akan menunjukkan manifestasi diri sifat matriks bahan pembungkus di dalam system dinding pembungkusnya (Kenyon dan Anderson, 1988). Gum arab menghasilkan emulsi yang stabil dengan kebanyakan minyak pada rentang pH yang luas. Namun harga dan keterbatasan bahan menjadi kendala penggunaannya untuk tujuan enkapsulasi (Kanakdande *et al.*, 2007). Penambahan maltodekstrin ke dalam suspensi gum arab dilaporkan mampu memperbaiki viskositas emulsi. Bagaimanapun, bahan penyalut yang digunakan sebagai bahan matriks dalam enkapsulasi, pati termodifikasi mempunyai beberapa keuntungan, yaitu : murah, mudah didapatkan dalam jumlah banyak, mudah didegradasi (*biodegradable*), bersifat *food grade* dan mudah dimodifikasi (Ongen *et al.*, 2002). Natrium kaseinat merupakan senyawa protein susu yang memiliki sifat pengemulsi yang baik dan jika dikombinasikan dengan maltodekstrin dapat mensubstitusi gum arab karena harganya yang lebih rendah. Dengan demikian, masing-masing bahan tersebut mempunyai kekurangan dan kelebihan sehingga diperlukan kombinasi yang tepat untuk menghasilkan bahan pengkapsul dengan karakteristik yang sesuai dengan keinginan. Kestabilan tetesan emulsi bahan inti pada larutan bahan pembungkus juga merupakan hal yang kritis dalam mikroenkapsulasi (Risch dan Reineccius, 1988).

Secara fungsional, profil bahan pembungkus/penyalut dalam proses enkapsulasi dengan alat *spray dryer* harus mencakup kriteria : (a) Mempunyai kemampuan kelarutan tinggi dan efektif sebagai pembentuk emulsi; (b) Mempunyai kemampuan membentuk lapisan tipis; dan (c) Memiliki sifat kemampuan pengeringan yang efisien. Disamping itu, bahan pembungkus/penyalut ini dalam bentuk larutan pekat harus mempunyai kekentalan (viskositas) yang rendah (Reineccius, 1988).

Proses pembuatan mikroenkapsulasi oleoresin secara singkat terdiri dari tahapan : persiapan pembuatan emulsi, homogenisasi dan atomisasi (Shahidi dan Han, 1993). Oleoresin yang akan dikapsulkan dicampurkan ke dalam bahan pengkapsul lalu dihomogenisasi. Emulsi yang terbentuk selanjutnya dikeringkan dengan alat pengering semprot atau *spray dryer* melalui *nozzle*. Air dalam bahan akan diuapkan oleh udara panas, partikel-partikel kering akan jatuh dan terkumpul pada dasar tangki pengering. Proses penguapan berlangsung cukup singkat, sehingga suhu bahan aktif dalam kapsul tetap rendah ( $< 100^{\circ}\text{C}$ ), meskipun suhu masuk (*inlet*) *spray drying* lebih dari  $200^{\circ}\text{C}$  (Desai dan Park, 2005; Finney *et al.*, 2002).

Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh konsentrasi oleoresin dan komposisi bahan penyalut terhadap karakteristik mikroenkapsulasi oleoresin lada hitam dengan *spray drying*. Manfaat penelitian ini adalah tersedianya produk enkapsulasi yang dapat digunakan pada industri pangan.

## BAHAN DAN METODE

### Bahan

Penelitian dilakukan di Balai Besar Industri Agro (BBIA) Bogor, Balai Besar Penelitian dan Pengembangan Pascapanen Pertanian, Departemen Pertanian dan Akademi Kimia Analisis Bogor (AKAB) dari bulan April hingga September 2008. Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah lada hitam enteng dari Lampung, sedang bahan tambahan/kimia maltodekstrin, Natrium-kaseinat, etanol 96%, lesitin diperoleh dari toko kimia PT Setia Guna, Bogor serta aquadest.

### Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah berupa *rotary vacuum evaporator* (rotavapor) Buchi R-114, pengaduk mekanik, pemanas listrik, termometer air raksa kapasitas hingga  $100^{\circ}\text{C}$ , oven, *homogenizer Ultra-Turrax*, viskometer Brokefield, alat pengering semprot atau *spray dryer* dan peralatan gelas laboratorium lainnya. Percobaan penelitian dilaksanakan dalam dua tahap, yaitu : ekstrasi oleoresin lada hitam enteng asal Lampung dan mikroenkapsulasi oleoresin lada hitam.

## Metode

### Ekstrasi Oleoresin Lada Hitam

Biji lada hitam enteng digiling dengan *Disc-mill* hingga menghasilkan serbuk lada hitam 60-80 mesh. Serbuk lada hitam lalu diekstrak secara perkolasi dengan pelarut etanol 96% dengan perbandingan 1: 5 dan diaduk menggunakan pengaduk mekanik selama 90 menit dengan kecepatan 100 rpm, kemudian didiamkan selama 15 jam. Selanjutnya ekstrak dipisahkan dari ampasnya dengan menggunakan corong pemisah Gooch berlapis kertas saring. Ekstrak diuapkan/dievdaporasi dengan alat *rotary evaporator* pada suhu  $55^{\circ}\text{C}$  dan tekanan 0,57 bar hingga semua pelarut menguap dan terkondensasi kembali menjadi cairan, lalu ditampung dalam labu. Oleoresin yang diperoleh dan berbentuk pekatan selanjutnya digunakan sebagai bahan aktif mikroenkapsulasi.

Pembuatan suspensi bahan penyalut dilakukan dengan mencampurkan larutan maltodekstrin ke dalam larutan Natrium-kaseinat dengan perbandingan komposisi Natrium-kaseinat dan maltodekstrin 10 : 90 dan 25 : 75 dalam larutan aquadest dengan total padatan 20%. Dalam hal ini, Natrium-kaseinat dan maltodekstrin dilarutkan dalam aquadest yang bersuhu  $70^{\circ}\text{C}$  menggunakan *homogenizer* dengan kecepatan rendah (120 rpm). Selanjutnya suspensi bahan penyalut dehidrasi selama 15 jam.

Pembuatan emulsi oleoresin lada hitam dilakukan dengan penambahan oleoresin lada hitam pada suspensi bahan penyalut dengan konsentrasi 10%, 15% dan 20% menggunakan *homogenizer* pada kecepatan pengadukan 4000 rpm selama lebih kurang 60 menit hingga diperoleh larutan emulsi yang homogen dan *droplet* oleoresin berukuran sekitar 2 mm.

Untuk memudahkan pembuatan emulsi oleoresin, oleoresin tersebut dilarutkan dalam pelarut alkohol sebanyak 50 ml.

### Mikroenkapsulasi Oleoresin Lada

Larutan emulsi campuran antara oleoresin lada hitam dan bahan penyalut yang terbentuk dideriasi dengan menggunakan pompa vakum dan akhirnya dikeringkan (diatomisasi) dengan pengering semprot atau *spray dryer* pada kondisi pengeringan sebagai berikut : tekanan atomisasi 6 atmosfer, suhu udara masuk (inlet) 135-140°C, suhu udara keluar (outlet) 75-80°C sehingga dihasilkan produk mikrokapsul.

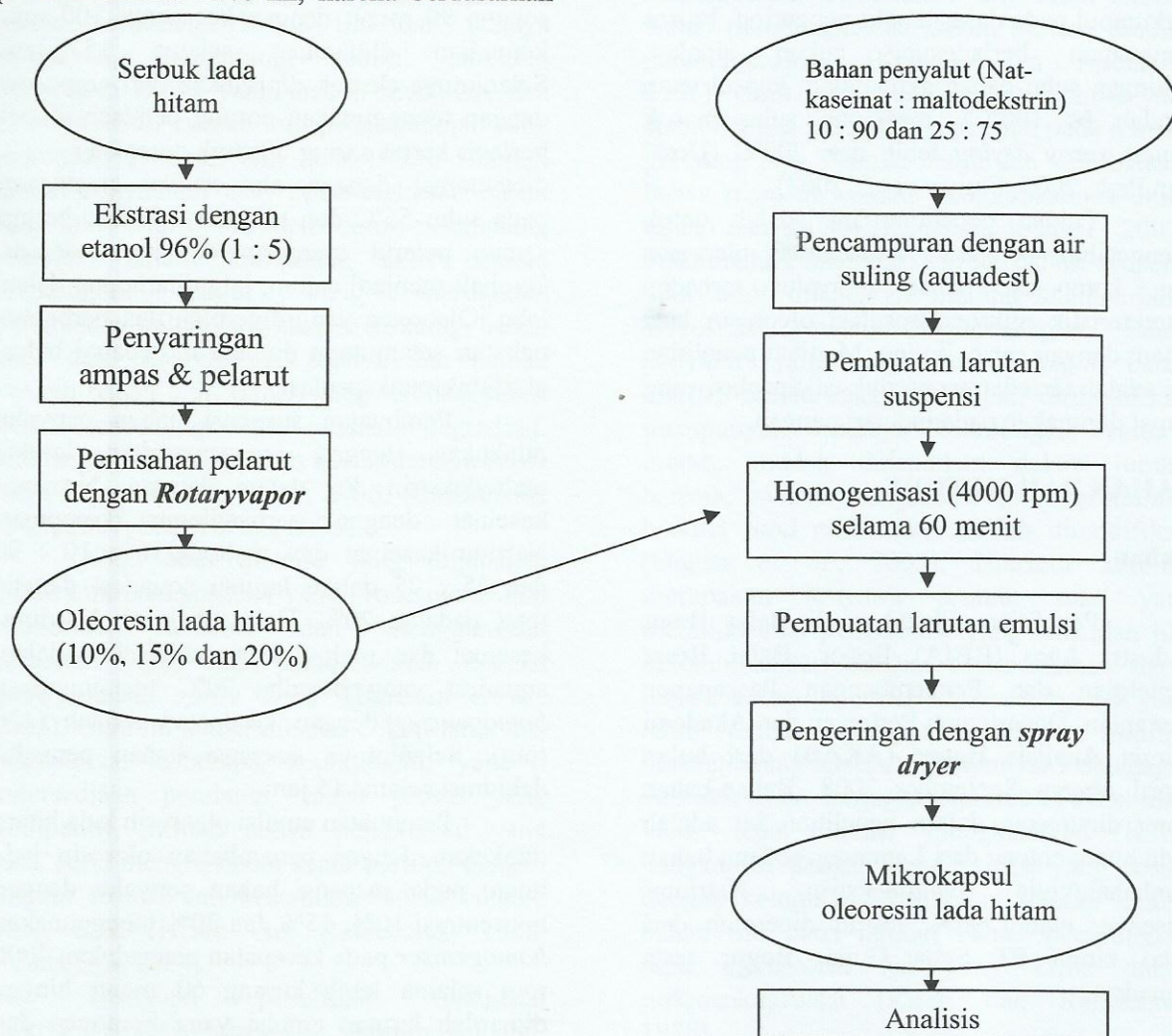
Pada penelitian ini, konsentrasi total padatan yang digunakan adalah 20 persen atas dasar bahan kering (*dry basis*). Artinya total padatan yang terdiri dari bahan inti dan bahan pelapis sebanyak 200 gram untuk satu liter larutan. Alasan dipilihnya konsentrasi total padatan sebesar 20% ini, karena berdasarkan

percobaan pendahuluan bila digunakan lebih besar dari 20% akan mengganggu proses atomisasi mikroenkapsulasi di dalam pengering semprot atau *spray dryer*.

### Metode Analisis

Analisis terhadap produk mikrokapsul berupa : rendemen berdasarkan gravimetri dengan alat penimbang sartorius, kadar air dengan cara pemanasan dengan menggunakan oven (AOAC, 1995), kadar piperin dengan metode spektrometri (Departemen Perdagangan, 1986), uji viskositas menggunakan *viscometer* merk Brokefield model E.270 (AOAC, 1990), kadar minyak atsiri oleoresin dengan metode Langenau (1948) dan kadar sisa pelarut dengan metode pengujian oleoresin lada hitam Departemen Perdagangan (1986).

Secara garis besar tahapan penelitian yang dilakukan dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Diagram alir proses mikroenkapsulasi oleoresin lada hitam.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Karakteristik Bahan Baku

Analisis yang dilakukan terhadap serbuk kering lada hitam menunjukkan bahwa kadar air yang lebih tinggi dibandingkan oleoresinnya, dimana kadar air serbuk kering lada hitam 6,90% sedang kadar air oleoresin terekstrak 1,24%. Hal ini dikarenakan oleoresin merupakan produk ekstraksi yang lebih pekat. Rendemen oleoresin yang diperoleh 6,74% lebih rendah daripada rendemen oleoresin lada hitam yang dihasilkan oleh Moestafa (1989), yaitu 9,03%; tetapi masih masuk dalam rentang 5–15% yang dilaporkan oleh Purseglove *et al.* (1981). Rendemen yang agak rendah tersebut dapat disebabkan karena residu pelarutnya yang masih cukup tinggi, yaitu 4,70% sedang residu pelarut yang tercantum dalam spesifikasi oleoresin lada hitam dalam standar Essential Oil of Association of America (EOA) adalah maksimum 50 ppm (Purseglove *et al.*, 1981). Namun demikian, etanol yang masih tersisa dalam oleoresin ini akan menguap selama pengeringan di *spray dryer* karena mempunyai titik didih yang relatif rendah (76-78°C). Kadar minyak atsiri oleoresin lada hitam 15-27% sesuai yang diinformasikan Purseglove *et al.* (1981); sedang kadar piperin pada oleoresin lada hitam yang diperoleh hanya mencapai 32,70% sehingga lebih rendah dari yang

dinyatakan oleh Purseglove *et al.* (1981) seperti yang terlihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Karakteristik bahan baku yang digunakan

Parameter	Serbuk lada hitam	Oleoresin lada hitam
Kadar air (%)	6,90	1,24
Kadar minyak atsiri (%)	1,34	18,95
Residu pelarut (%)	-	4,70
Rendemen ekstraksi (%)	-	6,74
Indeks bias	-	1,4798
Kadar piperin (%)	-	32,70

### Hasil Analisis Mikroenkapsulasi Oleoresin Lada

Hasil analisis mikroenkapsulasi oleoresin lada hitam yang diperoleh disajikan pada Tabel 2. Kadar minyak atsiri menunjukkan jumlah minyak keseluruhan yang terdapat pada mikrokapsul, baik yang menempel pada permukaan maupun yang berada di dalam mikrokapsul. Secara keseluruhan, hasil analisis mikroenkapsulasi oleoresin lada hitam menunjukkan hasil yang bervariasi dan menghasilkan perbedaan yang cukup nyata dalam hal rendemen, kadar minyak atsiri dan kadar piperinnya.

Tabel 2. Hasil mikroenkapsulasi oleoresin lada hitam

Perlakuan	Rendemen (%)	Viskositas (cp)	Kadar minyak atsiri (%)	Kadar air (%)	Kadar piperin (%)
A <sub>1</sub> B <sub>1</sub>	64,06 a	32,60 a	2,25 a	3,68 a	12,10 a
A <sub>2</sub> B <sub>1</sub>	62,04 ab	33,40 a	2,32 a	4,21 a	13,42 ab
A <sub>3</sub> B <sub>1</sub>	58,20 ac	33,90 a	2,37 b	4,76 a	13,65 ac
A <sub>1</sub> B <sub>2</sub>	68,75 cdf	51,70 b	2,25 a	3,75 a	13,21 ab
A <sub>2</sub> B <sub>2</sub>	66,10 cdf	53,50 b	2,85 cd	5,48 a	13,63 ac
A <sub>3</sub> B <sub>2</sub>	63,08 ab	55,40 b	2,90 cdf	5,71 a	13,87 cd

Keterangan : Angka-angka dengan huruf yang sama pada kolom yang sama tidak berbeda nyata pada Uji Duncan 5%.

A = Konsentrasi oleoresin (A<sub>1</sub>=10%, A<sub>2</sub> = 15%; dan A<sub>3</sub> = 20%)

B = Nisbah maltodekstrin terhadap Nat-kaseinat (B<sub>1</sub> = 90 : 10; B<sub>2</sub> = 75 : 25)

## Rendemen

Penentuan formula perbandingan antara oleoresin sebagai bahan inti (*core*) dan maltodekstrin serta Natrium-kaseinat sebagai bahan pembungkus/penyalut menghasilkan produk hasil mikroenkapsulasi yang rendemennya disajikan pada Tabel 2. Dari Tabel 2 tersebut dapat dilihat bahwa ditinjau berdasarkan rendemen produk mikroenkapsulasi yang dihasilkan dari setiap 200 gram total padatan, dengan nisbah maltodekstrin terhadap Natrium-kaseinat 90 : 10; perlakuan A<sub>1</sub>B<sub>1</sub> menghasilkan rendemen produk mikro-enkapsulasi sebanyak 64,06%, perlakuan A<sub>2</sub>B<sub>1</sub> sebanyak 62,04% dan perlakuan A<sub>3</sub>B<sub>1</sub> sebanyak 58,20%. Sedang rendemen produk mikroenkapsulasi yang dihasilkan dari setiap 200 gram total padatan dengan nisbah maltodekstrin terhadap Natrium-kaseinat 75 : 25; perlakuan A<sub>1</sub>B<sub>2</sub> menghasilkan rendemen produk mikroenkapsulasi sebanyak 68,75%, perlakuan A<sub>2</sub>B<sub>2</sub> sebanyak 66,10% dan perlakuan A<sub>3</sub>B<sub>2</sub> sebanyak 63,08%. Dengan demikian, rendemen produk hasil mikroenkapsulasi tertinggi diperoleh dari perlakuan A<sub>1</sub>B<sub>2</sub>, sedangkan terendah diperoleh dari perlakuan A<sub>3</sub>B<sub>1</sub>.

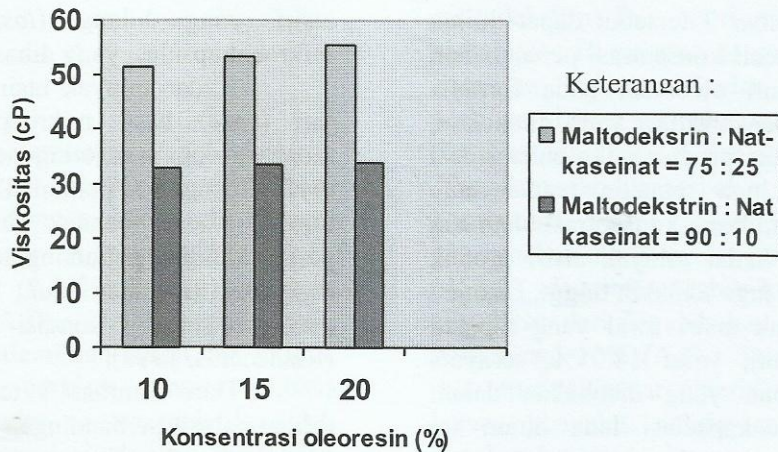
Adanya perbedaan rendemen produk hasil mikroenkapsulasi tersebut dapat disebabkan karena sebagian bahan padat yang dipakai, baik bahan inti (oleoresin) dan bahan pelapis/penyalut (maltodekstrin dan Natrium-kaseinat) tertinggal pada alat pengering semprot atau *spray dryer* yang digunakan. ternyata terlihat bahwa makin tinggi konsentrasi oleoresin yang dipakai (perlakuan A<sub>3</sub>B<sub>1</sub> dan A<sub>3</sub>B<sub>2</sub>) semakin rendah rendemen produk hasil mikroenkapsulasi yang diperoleh; sebaliknya dengan konsentrasi penggunaan oleoresin yang semakin rendah (pada perlakuan A<sub>1</sub>B<sub>1</sub> dan A<sub>1</sub>B<sub>2</sub>) akan diperoleh rendemen hasil mikroenkapsulasi yang semakin tinggi. hal ini disebabkan karena oleoresin mempunyai sifat lengket, sehingga sewaktu diproses/dikeringkan di dalam alat *spray dryer* untuk pembuatan mikroenkapsulasinya, sebagian akan mengikat bahan padatan lainnya dan menempel pada dinding *spray dryer*. Akibatnya rendemen

produk hasil mikroenkapsulasi akan menjadi berkurang. Namun demikian, adanya perlakuan/pemberian bahan pembungkus/penyalut dengan nisbah maltodekstrin terhadap Natrium-kaseinat (75 : 25) yang lebih tinggi kandungan Natrium-kaseinatnya, maka rendemen produk hasil mikroenkapsulasi dapat ditingkatkan menjadi lebih tinggi.

Fenomena ini bisa diamati dengan jelas pada setiap kali percobaan perlakuan pembuatan mikroenkapsulasi oleoresin lada menggunakan alat pengering semprot (*spray dryer*) tersebut. Akibatnya setiap kali percobaan dengan perlakuan yang diberikan pada proses mikroenkapsulasi, diperlukan pembersihan dahulu terhadap dinding dalam alat *spray dryer* yang digunakan. Sedangkan Natrium-kaseinat dalam jumlah yang lebih tinggi dapat mengurangi sifat kelengketan oleoresin.

## Viskositas

Hasil pengukuran viskositas emulsi oleoresin lada hitam menggambarkan bahwa penggunaan Natrium-kaseinat dengan konsentrasi 25% meningkatkan viskositas emulsi. Peningkatan jumlah (konsentrasi) oleoresin tidak memberikan peningkatan viskositas emulsi yang berarti (Gambar 2.). Natrium-kaseinat merupakan senyawa protein yang memiliki sifat pengemulsi yang baik. Dengan demikian, kontribusi protein susu Natrium-kaseinat terhadap kenaikan viskositas emulsi berkaitan dengan senyawa penyusun protein sebagai makromolekul yang memiliki bobot molekul yang tinggi. Natrium-kaseinat merupakan senyawa protein susu yang mempunyai sifat pengemulsi dan pembentuk lapisan film yang istimewa (Hogan *et al.*, 2001). Penerapannya sebagai bahan pengkapsul memberikan efisiensi enkapsulasi yang tinggi karena selama homogenisasi, protein menempel dengan cepat pada antar-muka (interface) minyak dan air serta membentuk lapisan-lapisan yang mencegah butiran minyak saling bergabung (Vega dan Roos, 2006; Soottitantawa *et al.*, 2005; Keogh dan O'Kennedy, 1999).



Gambar 2. Viskositas emulsi oleoresin lada hitam.

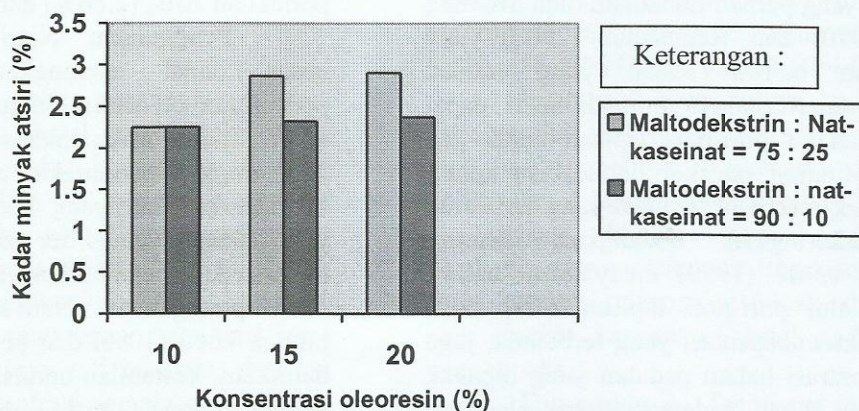
Menurut Gharsallaoui *et al.* (2007) dan Rosenberg dan Young (1993), dinyatakan bahwa viskositas emulsi akan mempengaruhi kinerja atomisasi pengering semprot atau *spray dryer*, dimana semakin tinggi viskositas emulsi, ukuran partikel kapsul yang dihasilkan akan semakin besar. Hal ini tentunya tidak diinginkan dalam produk mikroenkapsulasi. Disamping itu, emulsi yang semakin pekat dikhawatirkan akan memberatkan kerja pompa pada *spray dryer*, dengan sendirinya kebutuhan energi akan semakin besar.

#### Kadar Minyak atsiri

Menurut standar EOA atau *the Essential Oil Association of America* (Purseglove *et al.* 1981), dinyatakan bahwa

kadar minyak atsiri pada oleoresin lada hitam adalah 17-35 ml per 100 gram. Hasil analisis kadar minyak atsiri pada oleoresin lada sebelum diproses menjadi produk mikroenkapsulasi (rata-rata dari tiga kali ulangan) adalah 18,95 ml per 100 gram. Dengan demikian, oleoresin lada hitam yang dihasilkan masuk dalam standar perdagangan EOA.

Dari hasil percobaan yang dilakukan dengan tiga kali ulangan, diperoleh produk hasil mikroenkapsulasi oleoresin lada hitam dengan kadar minyak atsiri sebagai berikut : perlakuan  $A_1B_1$  (2,25%),  $A_1B_2$  (2,32%) dan  $A_1B_3$  (2,37%); sedang perlakuan  $A_2B_1$  (2,25%),  $A_2B_2$  (2,86%) dan  $A_2B_3$  (2,90%) seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Kadar minyak atsiri hasil enkapsulasi oleoresin lada hitam.

Dari Gambar 3 tersebut dapat dilihat bahwa semakin kecil konsentrasi penambahan bahan padatan inti oleoresin pada formula pembuatan mikroenkapsulasi yang dilakukan, kadar minyak atsiri produk mikroenkapsulasi yang dihasilkan juga semakin rendah atau sebaliknya semakin besar konsentrasi oleoresin yang digunakan, kadar minyak atsiri produk mikroenkapsulasi juga semakin tinggi. Ditinjau dari kadar minyak atsiri awal yang dipakai sebagai bahan inti, yaitu 18,95%; ternyata beberapa perlakuan yang dicobakan dalam penelitian mikroenkapsulasi lada hitam ini mengalami penurunan (*loss*) kadar minyak atsirinya, antara lain untuk perlakuan A<sub>1</sub>B<sub>1</sub> (88,13%), A<sub>1</sub>B<sub>2</sub> (87,75%) dan A<sub>1</sub>B<sub>3</sub> (87,50%); sedang perlakuan A<sub>2</sub>B<sub>1</sub> (88,13%), A<sub>2</sub>B<sub>2</sub> (84,90%) dan A<sub>2</sub>B<sub>3</sub> (84,70%).

Menurunnya kadar minyak atsiri pada produk mikroenkapsulasi oleoresin lada hitam yang dihasilkan dibandingkan dengan kadar minyak atsiri oleoresin lada awal, disebabkan karena minyak atsiri merupakan senyawa yang mudah menguap pada suhu di atas 40°C, lebih-lebih bila suhu yang dipakai untuk mikroenkapsulasi dalam pengering semprot atau *spray dryer* mencapai 135°C. Hal ini dimungkinkan karena bahan yang mudah menguap seperti halnya minyak atsiri lada hitam dapat terlepas atau mengalami difusi melalui pori-pori lapisan kerak produk mikroenkapsulasi yang terbentuk pada saat pengeringan, sehingga menyebabkan adanya penurunan kadar minyak atsiri pada produk mikroenkapsulasi yang dihasilkan.

Fenomena ini sesuai dengan hasil penelitian yang pernah dilakukan oleh Menting *et al.* (1970) dan Reineccius (2004) yang menyatakan bahwa bahan yang mudah menguap seperti halnya minyak atsiri dapat terlepas melalui pori-pori lapisan kerak dan menekan dinding partikel untuk bisa keluar pada produk mikroenkapsulasi yang terbentuk selama dikeringkan. Sedangkan menurut Rosenberg *et al.* (1990) menyatakan bahwa selain melalui pori-pori lapisan kerak pada produk mikroenkapsulasi yang terbentuk, juga oleh konsentrasi bahan padatan yang dipakai. Konsentrasi bahan padatan seperti oleoresin yang dipakai berpengaruh terhadap kekentalan (viskositas), sehingga pada gilirannya akan mempengaruhi pula terhadap kadar minyak

atsiri yang hilang (*loss*) pada produk mikroenkapsulasi yang dihasilkan.

Kadar minyak atsiri sisa pada bahan inti (*core*) hasil mikroenkapsulasi dengan menggunakan pengering semprot atau *spray dryer* dipengaruhi pula oleh sifat-sifat fisik dan kimia dari bahan inti dan bahan pelapis/dinding pelindung atau penyalut yang digunakan (Bomben *et al.*, 1983; Leahy *et al.*, 1983) serta kondisi pengeringannya (Reineccius, 1988).

Dari Gambar 3 tersebut juga dapat dilihat bahwa perbandingan penggunaan bahan penyalut/pembungkus antara maltodekstrin dan Natrium-kaseinat berpengaruh terhadap kadar minyak atsiri produk mikroenkapsulasi yang dihasilkan. Peningkatan penggunaan bahan penyalut Natrium-kaseinat yang lebih tinggi dengan nisbah maltodekstrin : natrium-kaseinat (75 : 25) menyebabkan meningkatnya kadar minyak atsiri produk mikro-enkapsulasi yang dihasilkan bila dibandingkan dengan penggunaan bahan penyalut pada nisbah maltodekstrin : Natrium-kaseinat (90 : 10). Hal ini mungkin dapat disebabkan oleh penyalutan yang kurang sempurna dengan bahan penyalut berkomposisi maltodekstrin dan Natrium-kaseinat dengan perbandingan 90 : 10. Diduga emulsi yang tidak stabil karena kurangnya emulsifier seperti halnya Natrium-Kaseinat, menyebabkan pecahnya emulsi yang tampak dari terpisahnya oleoresin (fasa minyak) di bagian permukaan tas sistem emulsi. Peningkatan penggunaan Natrium-kaseinat menunjukkan hasil produk mikro-enkapsulasi dengan kadar minyak atsiri yang lebih baik, seperti yang diperoleh pada perlakuan A<sub>2</sub>B<sub>2</sub> (2,86%) dan A<sub>2</sub>B<sub>3</sub> (2,90%).

Penggunaan Natrium-kaseinat yang besar dapat meningkatkan kemampuan penyalutan oleoresin, sehingga kadar minyak atsiri produk mikroenkapsulasi yang dicapai lebih tinggi dibandingkan dengan penggunaan Natrium-kaseinat yang kecil. Sifat bahannya yang sebagai emulsifier tampak jelas dengan memberikan penampilan yang sangat berbeda pada penggunaan Natrium-kaseinat dalam jumlah kecil (10%) dan besar (25%). Dengan demikian, kestabilan emulsi menjadi suatu hal penting yang perlu diperhatikan untuk mendapatkan efisiensi proses dan hasil yang terbaik. Zat pengemulsi (*emulsifier*) merupakan komponen yang paling menentukan



agar diperoleh emulsi yang stabil (Anief, 1997).

### Kadar Air

Dari hasil percobaan yang dilakukan dengan tiga ulangan, diperoleh produk hasil mikroenkapsulasi dengan kadar air sebagai berikut : perlakuan  $A_1B_1$  (3,68%),  $A_2B_1$  (4,21%) dan  $A_3B_1$  (4,76%) sedang perlakuan  $A_1B_2$  (3,75%),  $A_2B_2$  (5,48%) dan  $A_3B_2$  (5,71%). Dengan demikian kadar air produk mikroenkapsulasi berkisar antara 3,68% sampai 5,71%. Kadar air terendah diperoleh produk mikroenkapsulasi dengan perlakuan  $A_1B_1$  dan tertinggi diperoleh pada perlakuan  $A_3B_2$ . Namun berdasarkan hasil analisis statistik, diketahui bahwa semua perlakuan tidak menunjukkan perbedaan yang nyata.

Ditinjau dari kadar airnya, produk hasil mikroenkapsulasi oleoresin lada hitam, baik yang dihasilkan dari adanya perlakuan bahan pembungkus/penyalut antara maltodekstrin dan Natrium-kaseinat dengan nisbah 90 : 10 dan 75 : 25; maupun adanya perlakuan bahan inti oleoresin dengan konsentrasi 10%, 15% dan 20% mempunyai kadar air 2 - 6% sudah sesuai dengan persyaratan produk yang dihasilkan untuk pengering semprot atau *spray dryer*. Hal ini disebabkan produk mikroenkapsulasi yang baik dengan menggunakan alat *spray dryer* sebagai alat pengeringnya harus mempunyai kadar air sekitar 2 - 6% (Heath dan Reineccius, 1986). Dengan perkataan lain, kadar air yang diperoleh merupakan jenis kadar air produk mikroenkapsulasi yang diperoleh dari *spray drying*.

### Kadar Piperin

Kadar sisa bahan pembentuk citarasa (piperin) produk hasil mikroenkapsulasi dipengaruhi oleh tingkat konsentrasi padatan yang masuk ke dalam alat pengering semprot atau *spray drying*, suhu udara pengering (Heath dan Reineccius, 1986) dan penyebaran ukuran partikel (Reineccius, 2004).

Dari hasil percobaan penelitian yang dilakukan dengan tiga kali ulangan, ternyata semakin kecil konsentrasi pemakaian oleoresin pada perlakuan yang dicobakan, kadar piperin produk mikroenkapsulasi yang dihasilkan juga semakin rendah; baik untuk produk mikroenkapsulasi yang dihasilkan dari

pemakaian bahan penyalut/pembungkus antara maltodekstrin dan Natrium-kaseinat dengan nisbah 90 : 10 maupun dengan nisbah 75 : 25. Rata-rata tertinggi kadar piperin dengan perlakuan bahan penyalut antara maltodekstrin dan Natrium-kaseinat dengan nisbah 90 : 10 dihasilkan dari penambahan oleoresin dengan konsentrasi 20% ( $A_3B_1$ ), lalu disusul penambahan oleoresin dengan konsentrasi 15% ( $A_2B_1$ ) dan terendah kadar piperinnya dihasilkan dari penambahan oleoresin dengan konsentrasi 10% ( $A_1B_1$ ). Demikian pula rata-rata tertinggi kadar piperin dengan perlakuan bahan penyalut antara maltodekstrin dan Natrium-kaseinat dengan nisbah 75 : 25 dihasilkan dari penambahan oleoresin dengan konsentrasi yang sama, yaitu 20% ( $A_3B_2$ ), 15% ( $A_2B_2$ ) dan 10% ( $A_1B_2$ ). Dengan demikian, kadar piperin produk mikroenkapsulasi yang dihasilkan dengan konsentrasi total padatan 20% (atas dasar bahan kering), perlakuan  $A_3B_1$  menghasilkan kadar piperin sebanyak 13,65%,  $A_2B_1$  (13,42%) dan  $A_1B_1$  (12,10%); sedang perlakuan  $A_3B_2$  (13,87%),  $A_2B_2$  (13,63%) dan  $A_1B_2$  (13,21%).

Ditinjau dari kadar piperin oleoresin awal yang dipakai bahan inti yakni 32,70%; ternyata perlakuan-perlakuan yang dicobakan dalam mikroenkapsulasi lada tersebut mengalami penurunan kadar piperinnya. Untuk perlakuan pemakaian bahan pembungkus/penyalut antara maltodekstrin dan Natrium-kaseinat dengan nisbah 90 : 10, maka penurunan kadar piperinnya berturut-turut sebanyak 58,26 % ( $A_3B_1$ ), 58,96% ( $A_2B_1$ ) dan 62,99% ( $A_1B_1$ ). Sedang untuk perlakuan pemakaian bahan pembungkus/penyalut antara maltodekstrin dan Natrium-kaseinat dengan nisbah 75 : 25, maka penurunan kadar piperinnya berturut-turut sebanyak 57,58% ( $A_3B_2$ ), 58,32% ( $A_2B_2$ ) dan 59,60% ( $A_1B_2$ ).

Fenomena menurunnya kadar piperin pada produk mikroenkapsulasi ini, didukung oleh hasil penelitian Reineccius dan Bangs (1985) dan Adamiec dan kalemba (2006) yang menyatakan bahwa kadar sisa bahan pembentuk aroma/citarasa (termasuk piperin) pada produk mikroenkapsulasi; dipengaruhi oleh tingkat konsentrasi total padatan awal yang dipakai.

Disamping itu, fenomena menurunnya kadar piperin pada setiap perlakuan yang dicobakan dapat disebabkan pula oleh menguapnya kandungan oleoresin sebagai akibat adanya pemanasan (pengeringan) di

pengering semprot atau *spray dryer* pada suhu 130 – 135°C. Fenomena ini diperkuat oleh hasil penelitian yang dilakukan oleh Leahy *et al.* (1983), Reineccius (2004) dan Shaikh *et al.* (2006) yang menyatakan bahwa kadar sisa bahan pembentuk citarasa (piperin) pada oleoresin yang dibuat menjadi produk mikroenkapsulasi, dipengaruhi oleh suhu pemanasan (pengeringan) yang digunakan.

## KESIMPULAN

Perbedaan perlakuan penggunaan bahan inti oleoresin lada dan komposisi bahan pelapis/penyalut maltodekstrin dan Natrium-kaseinat pada percobaan mikroenkapsulasi menggunakan *spray dryer* berpengaruh nyata terhadap karakteristik mikrokapsul oleoresin lada yang dihasilkan, yaitu rendemen, kadar minyak atsiri dan kadar piperin.

Semakin kecil konsentrasi bahan inti oleoresin lada hitam dan semakin besar konsentrasi bahan penyalut/pembungkus Natrium-kaseinat yang digunakan dalam formulasi; menghasilkan produk mikrokapsul dengan rendemen produk kering yang diperoleh semakin besar, dan kadar air produk yang relatif sama serta kadar minyak atsiri dan kadar piperin yang semakin rendah.

Secara umum semua formula perlakuan yang dicobakan pada mikroenkapsulasi oleoresin lada ini dapat menghasilkan produk mikrokapsul yang baik, namun hasil mikrokapsul oleoresin lada yang terbaik diperoleh dari perlakuan konsentrasi oleoresin 10% dan bahan pembungkus/penyalut maltodekstrin-Natrium-kaseinat pada nisbah 75 : 25 dengan rendemen 68,75%, kadar minyak atsiri 2,25%, kadar air 3,75% dan kadar piperin 13,21%.

Untuk penelitian ke depan perlu dicoba kondisi atomisasi serta kondisi pengeringan yang tepat dalam menggunakan *spray dryer* guna menghasilkan mikrokapsul dengan kadar piperin dan kadar minyak atsiri sisa yang masih tinggi.

## DAFTAR PUSTAKA

Adamiec, J. and Kalemba, D. 2006. "Analysis of microencapsulation ability of essential oils during processing". *Drying Technology* 24 : 1127-1132.

Anief, M. 1997. *Ilmu Meracik Obat : Teori dan Praktik*. Gajah Mada University Press, Yogyakarta : 132-133.

Azian, MN, Komal, MAA and Azlina, MN. 2004. "Change of cell structure in ginger during processing". *Journal of Food Engineering*, 62 : 459-364.

AOAC [Association of Official Analytical Chemist] 1990. *Official Methods of Analysis of the AOAC*, 15<sup>th</sup> Ed. AOAC, Arlington – Washington, DC.

AOAC [Association of Official Analytical Chemist] 1995. *Official Methods of Analysis of the AOAC*, 16<sup>th</sup> Ed. AOAC, Arlington - Washington, DC.

Barbosa, MIM., Bosarelli, CD and Mercadante, AZ. 2005. "Light stability of spray-dried bixin encapsulated with different edible polysaccharide preparations". *Food Research international*, 38 : 989-994.

Beatus, Y.; Raziell, A.; Rosenberg, M. and Kopelman, IJ. 1985. Spray-drying microencapsulation of paprika oleoresin". *Lebensm – Weiss Technol.*, 18 : 28-34.

Bomben, JL; Bruin, B.; Thijssen, HAC and Merson, RL. 1983. "Aroma recovery and retention in concentration and drying of foods". *Adv, Food Res.*, 20 (1) : 2-11.

Departemen Perdagangan. 1986. *Standar Perdagangan dan Standar Metoda Pengujian Oleoresin Lada Hitam*, SP-SMP – 1984. Pusat Pengujian Mutu Barang, Departemen Perdagangan, Jakarta.

Desai, KGH and Park, HJ. 2005. "Recent Developments in Microencapsulation of food ingredients". *Drying Technol.*, 23 : 1361-1394.

Dziezak, JD. 1988. "Microencapsulation and encapsulated ingredients". *Food Technol.*, 42 (4) : 136-151.

Finney, J. Buffo, RA and Reineccius, GA. 2002. "Effect of type of atomization and processing temperatures on the physical properties and stability of spray-dried flavors". *J. of Food Sci.*, 67 (3) : 1108-1118.

- Fuchs, M.; Turchiuli, C., Bohon, M.; Cuvelier, ME; Ordannaud, C. and Dumoulin, E. 2006. "Encapsulation of oil in powder using spray drying and fluidized bed agglomeration". *J. Food Engineering*, 75 : 27-35.
- Gharsallaoui, A.; Roudaut, G.; Chambin, O.; Voilley, A. and Saurel, R. 2007. "Applications of spray drying in microencapsulation of food ingredients : An Overview". *Food Research International* 40 : 1107-1121.
- Heath, HB and Reineccius, GA. 1988. *Flavor Chemistry and Technology*. AVI, Westport – Connecticut, USA.
- Hogan, SA; McNamee, BF; O'Riorden, ED and O'Sullivan, M. 2001. Microencapsulating properties of Sodium caseinate". *J. Agric. Food Chem.* 49 : 1934-1938.
- Jackson, LS and Lee, K. 1991. "Microencapsulation in the Food Industry". *Lebensm – weiss, Technol.*, 24 : 289-297.
- Kanakdande, D.; Bhosale, R. and Singhal, RS. 2007. "Stability of cumin oleoresin microencapsulated in different combination of gum arab, maltodextrin and modified starch as wall material". *Carbohydrate Polymers* 61 : 95-102.
- Kenyon, MM and Anderson, RJ. 1988. "Maltodextrin and low-dextrose equivalence corn syrup solids : Production and Technology for the flavor industry". In *Flavor Encapsulation*, ed. by Reineccius, GA and Risch, SJ. American Chem. Soc., Washington : 7-12.
- Keogh, MK and O'Kennedy, BT. 1999. "Milk fat encapsulation using whey proteins". *International Dairy Journal* 9 : 657-663.
- Langenau, EE. 1948. "The extraction and Analysis of Essential Oils, Synthetic and isolates" in the *Essential Oils, Vol. I.*, ed. by E. Guenther. Robert E. Kreiger, New York : 227-370.
- Leahy, M., Anandaraman, M. Bangs, WE and Reineccius, GA. 1983. "Spray Drying of Foods Flavor II : A Comparison of encapsulating agents for the drying of artificial flavors". *Perfumer Flavorist*, 8 (5) : 49-52, 55-56.
- Menting, LC; Hoogstad, CJ and Thijssen, HAC. 1970. "Aroma retention during the drying of liquid of foods". *J. Food Technol.*, 5 (3) : 127-139.
- Moestafa, A. 1976. "Isolasi Oleoresin Lada Hitam". *Didalam : Proceedings Seminar Minyak Atsiri II*. Balai Penelitian Kimia, Bogor : 222-227.
- Moestafa, A. 1989. "Pembuatan Oleoresin lada Hitam (*Pepper Nigrum*) dari sisa Penyulingan Uap minyak Atsirinya". *Warta IHP Vol. 6 No. 2* : 19-23.
- Ongun, G., Yilmaz, G., Jongboom, ROJ and Feil, H. 2002. "Encapsulation of alpha-amylase in a starch matrix". *Carbohydrate Polymers* 50 (1) : 1-4.
- Purseglove, JW; Brown, EG; Green, CL and Robbins, SRJ. 1981. *Spices, Vol. I*. Longman, London.
- Reineccius, GA. 2004. "The spray drying of food flavors". *Drying Technology* 22 (6) : 1289-1324.
- Reineccius, GA. 1988. "Spray drying of food flavors". In *Flavor Encapsulation*, ed. by Reineccius, GA and Risch, SJ. American Chem. Soc., Washington : 55-56.
- Rismunandar. 1988. *Lada : Budidaya dan Tataniaganya*. Panebar Swadaya, Jakarta.
- Risch, SJ. and Reineccius, GA. 1988. "Spray dried orange oil : Effect of emulsion size on flavor retention and shelf-life stability". In *Flavor Encapsulation*, ed. by Reineccius, GA and Risch, SJ. American Chem. soc.; Washington : 67-69.
- Rosenberg, M.; Kopelman, IJ and Talmon, Y. 1990. "Factors affecting retention in spray drying microencapsulation of volatile materials". *J. Agric. Food Chem.*, 38 : 1288-1294.
- Shahidi, F. and Han, XQ. 1993. "Encapsulation of food Ingredients". *Crit. Rev. Food Sci. and Nutrition* 33 (6) : 501-547.
- Shaikh, J.; Bhosale, R. and Singhal, RS. 2006. "Microencapsulation of black pepper oleoresin". *Food Chemistry* 94 : 105-110.
- Sootitawat, A.; Bigeard, F.; Yoshii, H.; Furuta, T.; Okiwara, M. and Linko, P. 2005. "Influence of emulsion and

- powders stability of encapsulated d-limonene by spray drying". *Innovative Food Sci. Emerging Technol.*, 6 : 107-114.
- Vega, C. and Roos, YH. 2006. Invited review : Spray-Dried airy and Dairy-like emulsion compositional considerations. Faculty of Food Science and Technology, Univ. College Cork, Irland. *J. Dairy Sci.* 89 : 383-401.
- Xiang, YF; Yang, JZ; Wang, LQ and Cheng, M. 1997. "Microencapsulation of capsicum oleoresin". *Food Sci. China* 18 (11) : 27-30.
- Versic, RJ. 1988. "Flavor encapsulation : an Overview". In *Flavor encapsulation*, ed. by Reineccius, GA and Risch, SJ. American Chem. Soc., Washington : 1-6.