

OPTIMASI PROSES PEMBUATAN BUBUK OLEORESIN LADA (*Piper nigrum*) MELALUI PROSES EMULSIFIKASI DAN MIKROENKAPSULASI

Optimization Process Production Powder of Oleoresin Pepper (*Piper nigrum*) by Process of Emulsification and Microencapsulation

Firdaus Syafi'i, Christofora Hanny Wijaya, Budi Nurtama

Departemen Ilmu dan Teknologi Pangan, Fakultas Teknologi Pertanian, Institut Pertanian Bogor,
Jl. Raya Darmaga, Kampus IPB Darmaga, Bogor 16680
Email: fsyafii.chemist@gmail.com

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk memperbaiki kualitas mutu produk oleoresin lada melalui optimasi proses emulsifikasi dan mikroenkapsulasi. Rancangan percobaan yang digunakan adalah *Response Surface Methodology* (RSM). Hasil penelitian menunjukkan bahan pengemulsi yang terpilih adalah gum arab yang memiliki kelarutan tertinggi dalam air (99,78%). Titik optimum proses emulsifikasi terjadi pada konsentrasi gum arab 15% dan lama homogenisasi 4 menit yang memberikan nilai kelarutan dalam air 99,80% dan stabilitas emulsi 97,15%. Titik optimum proses mikroenkapsulasi terjadi pada rasio maltodekstrin dan natrium kaseinat (3:1), konsentrasi bahan penyalut 10%, dan suhu inlet pengeringan 180°C yang memberikan nilai kadar minyak atsiri 1,04%, kelarutan dalam air 98,18%, kadar *surface oil* 0,20%, kadar air 2,45%, *oil recovery* 77,07%, dan rendemen 69,87%

Kata kunci: Oleoresin lada, RSM, emulsifikasi, mikroenkapsulasi

ABSTRACT

The aim of this study was to improve the quality of pepper product by optimize process of emulsification and microencapsulation. The experimental design used in this study was *Response Surface Methodology* (RSM). The results showed that the selected emulsifier was arabic gum that had the highest solubility in water (99.78%). The optimum point of emulsification occurred at 15% of concentration arabic gum and 4 minutes of homogenization time with the result was solubility in water 99.80%, and emulsion stability 97.78%. The optimum point of microencapsulation process occurred at 3:1 of maltodextrin and sodium caseinate ratio, 10% of coating material concentration, and 180°C of drying temperature with the result was essential oil content 1.04%, solubility in water 98.18%, surface oil 0.20%, water content 2.45%, oil recovery 77.07%, and the yield of microcapsule 69.87%

Keywords: Pepper oleoresin, RSM, emulsification, microencapsulation

PENDAHULUAN

Lada merupakan salah satu rempah populer di Indonesia yang dimanfaatkan sebagai bumbu dapur untuk berbagai jenis masakan. Salah satu keunggulan dari rempah ini adalah memiliki cita rasa pedas dan aroma yang khas. Rasa pedas dari lada disebabkan oleh adanya senyawa golongan alkaloid, yaitu piperin. Adapun aroma khas dari lada disebabkan adanya komponen minyak atsiri yang mengandung golongan senyawa monoterpen dan sesquiterpen.

Komoditas lada di Indonesia sudah dikembangkan sejak lama. Akan tetapi sampai saat ini belum ada kemajuan dalam pemanfaatan secara teknologi. Saat ini produksi lada di Indonesia masih dipasarkan dalam bentuk konvensional, yaitu masih dalam bentuk butiran atau bubuk utuh yang dipasarkan dalam bentuk curah. Oleh karena itu, perlu ditingkatkan kualitas produk dengan pemanfaatan secara teknologi agar dapat meningkatkan nilai tambah dan dapat memperluas pasar lada di Indonesia. Salah satu cara untuk meningkatkan nilai produksi dan mutu lada adalah dengan cara ekstraksi untuk mendapatkan oleoresin.

Penggunaan oleoresin lada banyak disukai bagi industri pangan terutama sebagai flavor. Hal ini dikarenakan oleoresin memiliki banyak keunggulan, antara lain: memiliki rasa dan aroma yang kuat, memudahkan pengolahan, mengurangi volume dan berat, sehingga mengurangi biaya transportasi, dan memiliki nilai ekonomis yang tinggi sebagai flavor. Akan tetapi oleoresin memiliki beberapa kelemahan, antara lain: oleoresin memiliki sifat lengket dan kental, sering terjadi perubahan kimia (teroksidasi) dan organoleptik (*off-flavor*) yang terjadi pada oleoresin selama penyimpanan, dan memiliki kelarutan rendah dalam air (Yuliani dkk., 2007). Untuk mengatasi kelemahan tersebut, dilakukan pembuatan bubuk oleoresin lada dengan proses emulsifikasi dan mikroenkapsulasi metode pengering semprot.

Penelitian terkait pembuatan bubuk oleoresin lada dengan proses mikroenkapsulasi metode pengering semprot sudah cukup banyak dilakukan. Sudibyo dkk. (1995) telah melakukan mikroenkapsulasi oleoresin lada menggunakan bahan penyalut seperti gelatin, tween 80, natrium alginat, dan dekstrin. Sudibyo dan Simanjutak (2009) juga telah melakukan penelitian terhadap pengaruh tingkat konsentrasi oleoresin dan komposisi penyalut terhadap karakteristik mikroenkapsulasi oleoresin lada metode pengering semprot yang menghasilkan mikrokapsul terbaik dengan konsentrasi oleoresin 10% dan rasio maltodekstrin dan natrium kaseinat 75: 25. Menurut penelitian Saikh dkk. (2006), oleoresin lada yang diperoleh dengan ekstraksi menggunakan pelarut etanol dan mikroenkapsulasi oleoresin lada menggunakan bahan penyalut gum arab yang termodifikasi pati menghasilkan perlindungan mikrokapsul yang baik dengan kandungan komponen volatil dan non volatil yang stabil selama penyimpanan 6 minggu.

Penelitian pembuatan bubuk oleoresin lada sampai saat ini masih menggunakan proses ekstraksi secara konvensional (pelarut organik). Selain itu, belum ada penelitian tentang pembuatan bubuk lada dengan optimasi proses emulsifikasi dan mikroenkapsulasi metode pengering semprot, sehingga pada penelitian ini dilakukan proses optimasi emulsifikasi dan mikroenkapsulasi pada pembuatan bubuk oleoresin lada.

Pada pembuatan suatu emulsi, pemilihan bahan pengemulsi merupakan faktor penting karena mutu dan kestabilan suatu emulsi dipengaruhi oleh bahan pengemulsi yang digunakan. Pemilihan bahan pengemulsi harus memenuhi beberapa syarat, yaitu : harus dapat bercampur dengan komponen-komponen lain, tidak boleh mempengaruhi stabilitas bahan awal, stabil, tidak boleh terurai, tidak bersifat toksik, mempunyai bau, warna, dan rasa yang lemah sehingga tidak mempengaruhi karakteristik bahan (Murwan dkk., 2008). Hal yang paling penting yang harus dimiliki oleh bahan pengemulsi adalah kemampuannya untuk menghasilkan dan menjaga stabilitas emulsi dalam penyimpanan dan pemakaian.

Teknik mikroenkapsulasi dengan metode pengering semprot dapat meningkatkan kualitas oleoresin sebagai bumbu masak, misalnya: meningkatkan kelarutan oleoresin, melindungi rasa dan aroma bahan, dan menjaga kestabilan oleoresin. Selain itu, proses mikroenkapsulasi dapat melindungi komponen flavor oleoresin dari perubahan destruktif, dan dapat meningkatkan stabilitas komponen flavor (Jafari dkk., 2008). Salah satu parameter penting yang harus diperhatikan dalam proses mikroenkapsulasi adalah pemilihan bahan penyalut. Bahan yang digunakan harus memiliki tingkat kelarutan dalam air yang tinggi, memiliki kemampuan emulsi yang tinggi, dapat mempertahankan flavor bahan, tidak merubah rasa dan aroma bahan, dapat mempermudah proses pengeringan semprot, dan memiliki harga yang relatif murah. Selain itu, bahan penyalut yang digunakan harus dapat mengontrol tingkat pelepasan dari senyawa flavor (*flavor release*), sehingga saat diaplikasikan menghasilkan rasa dan aroma yang sama dengan aslinya (Medane dkk., 2006).

Tujuan dari penelitian ini adalah memperbaiki kualitas mutu oleoresin lada melalui optimasi proses emulsifikasi dan mikroenkapsulasi pada pembuatan bubuk oleoresin lada (*Piper nigrum*). Hasil bubuk lada dengan proses yang optimum diharapkan dapat menghasilkan produk bubuk oleoresin lada yang berkualitas, sehingga dimanfaatkan sebagai bumbu masakan yang praktis, efisien, dan memiliki nilai ekonomis yang tinggi.

METODE PENELITIAN

Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah ekstrak oleoresin lada hitam hasil *Supercritical Fluid Extraction* (SFE) dengan pelarut CO₂, gum arab (Houjin, China), CMC, tween 80, akuades, maltodekstrin (De 10-12, China), natrium kaseinat, toluena, dan heksana.

Alat-alat yang digunakan adalah alat pengering semprot (Buchu 190 mini, Switerland), alat *homogenizer* (FT 40, Armfield), sentrifusa, *vacum evaporator*, alat distilasi, alat-alat gelas, kertas saring, dan neraca analitik.

Pemilihan Bahan Pengemulsi

Bahan pengemulsi yang digunakan pada tahap pemilihan bahan pengemulsi adalah gum arab, CMC, tween 80, campuran gum arab dengan tween 80, dan campuran gum arab dengan CMC. Respon yang digunakan adalah kelarutan dalam air. Masing-masing bahan pengemulsi dengan konsentrasi tertentu ditambahkan akuades lalu diaduk sampai homogen. Kemudian ditambahkan oleoresin lada dan dihomogenisasi dengan menggunakan alat homogenizer. Emulsi yang diperoleh diukur nilai kelarutan dalam air.

Rancangan percobaan yang digunakan adalah rancangan acak lengkap (RAL) dan dianalisis dengan uji ANOVA dan uji Duncan.

Optimasi Proses Emulsifikasi

Rancangan yang digunakan pada optimasi proses emulsifikasi oleoresin lada adalah *Response Surface Methodology* (RSM) menggunakan program *Design Expert version 7* (DX7). Program ini secara otomatis mendesain proses awal yang digunakan sebagai dasar dari proses optimasi. Pada optimasi proses emulsifikasi oleoresin lada, bahan pengemulsi terpilih ditambahkan akuades, lalu diaduk sampai homogen. Kemudian ditambahkan oleoresin lada dan dihomogenisasi dengan menggunakan alat *homogenizer*. Optimasi proses emulsifikasi menggunakan dua faktor, yaitu: konsentrasi bahan pengemulsi (10-20%), dan lama homogenisasi (4-7 menit). Respon yang diuji pada optimasi proses emulsifikasi adalah kelarutan dalam air dan kestabilan emulsi. Berdasarkan dua faktor yang dipilih, diperoleh 16 perlakuan dengan desain D optimal. Hasil proses emulsifikasi yang optimum selanjutnya dilakukan verifikasi.

Tabel 1a. Desain D optimal pada optimasi proses emulsifikasi oleoresin lada

Run	Faktor 1 Konsentrasi gum arab (%)	Faktor 2 Waktu (menit)
1	14	5
2	20	4
3	20	4
4	17	7
5	13	7
6	10	6
7	10	4
8	12	5

Tabel 1b. Optimasi proses mikroenkapsulasi

Run	Faktor 1 Konsentrasi gum arab (%)	Faktor 2 Waktu (menit)
9	17	7
10	20	6
11	10	4
12	18	5
13	10	7
14	15	4
15	10	7
16	20	6

Rancangan yang digunakan pada optimasi proses mikroenkapsulasi oleoresin lada adalah *Response Surface Methodology* (RSM) menggunakan program *Design Expert version 7* (DX7). Hasil optimum pada proses emulsifikasi selanjutnya dilakukan optimasi proses mikroenkapsulasi metode pengering semprot. Bahan penyalut (maltodekstrin dan natrium kaseinat) dimasukkan dalam sebuah wadah dan ditambahkan akuades lalu diaduk sampai larut. Selanjutnya dilakukan pendinginan selama 24 jam. Emulsi oleoresin hasil optimasi ditambahkan pada larutan dan dilakukan homogenisasi pada suhu ruang (15 menit, 6000 rpm) sehingga dihasilkan campuran oleoresin dengan bahan penyalut dan dilakukan pengeringan semprot sampai diperoleh bubuk oleoresin hasil mikrokapsul. Optimasi proses mikroenkapsulasi menggunakan tiga faktor, yaitu: perbandingan bahan penyalut (maltodekstrin dan natrium kaseinat) (3:1 - 9:1), konsentrasi bahan penyalut (10% - 15%),

Tabel 2. Desain D optimal pada optimasi proses mikroenkapsulasi oleoresin lada

Run	Faktor 1 Rasio penyalut (M:NaK)	Faktor 2 Jumlah penyalut (%)	Faktor 3 Suhu inlet (°C)
1	7:1	15	168
2	3:1	12	168
3	3:1	15	180
4	5:1	10	160
5	3:1	10	180
6	3:1	15	160
7	9:1	15	180
8	3:1	10	180
9	9:1	10	173
10	6:1	15	178
11	3:1	12	168
12	9:1	10	160
13	9:1	10	173
14	7:1	12	180
15	9:1	13	160
16	5:1	13	160
17	7:1	12	168
18	9:1	15	180
19	3:1	15	160
20	3:1	13	180

Keterangan :
M : Maltodekstrin
NaK : Natrium Kaseinat

dan kondisi suhu inlet pengeringan (160°C - 180°C). Respon yang diuji pada optimasi mikroenkapsulasi, yaitu: rendemen mikro kapsul, kelarutan dalam air, kadar minyak atsiri, *oil recovery*, kadar *surface oil* dan kadar air. Berdasarkan tiga faktor yang dipilih, diperoleh 20 perlakuan dengan desain D optimal. Hasil proses mikroenkapsulasi yang optimum selanjutnya dilakukan verifikasi.

Pengukuran Respon Hasil Proses Emulsifikasi

Uji kelarutan dalam air (AOAC, 1995). Emulsi oleoresin lada ditimbang sebanyak 1 gram (a) dan dilarutkan dalam 20 ml akuades kemudian disaring dengan kertas saring Whatman no. 42. Sebelum digunakan, kertas saring dikeringkan dalam oven 105 °C selama 30 menit dan ditimbang (b). Setelah penyaringan, kertas saring dikeringkan kembali dalam oven selama 1 jam pada suhu 105 °C. Setelah itu, kertas saring didinginkan di desikator kemudian ditimbang sampai tercapai bobot tetap (c).

$$\text{Kelarutan dalam air (\%)} = \left(1 - \frac{(c-b)}{a}\right) \times 100\% \quad (1)$$

Stabilitas emulsi (modifikasi metode Yasumatsu dkk., 1972). Pengukuran stabilitas emulsi dengan metode ini berdasarkan pada kemampuan pembentukan emulsi setelah dilakukan pemanasan dan sentrifugasi. Sampel emulsi dipanaskan dalam penangas air bersuhu 80 °C selama 30 menit, kemudian disentrifugasi pada kecepatan 1300 rpm selama 10 menit. Volume campuran yang masih membentuk emulsi diukur dan stabilitas emulsi ditetapkan dengan persamaan sebagai berikut:

$$\text{Stabilitas emulsi (\%)} = \left(\frac{\text{Volume total campuran (ml)}}{\text{volume campuran yang teremulsi (ml)}}\right) \times 100\% \quad (2)$$

Pengukuran Respon Hasil Proses Mikroenkapsulasi

Rendemen mikro kapsul (Ahn dkk., 2007). Rendemen dihitung berdasarkan berat bubuk oleoresin hasil mikro kapsul yang dihasilkan dengan metode pengering semprot dibandingkan dengan total padatan emulsi yang dimasukkan ke alat pengering semprot. Rendemen mikro kapsul ditentukan dengan rumus berikut:

$$\text{Rendemen mikro kapsul} = \frac{\text{bobot produk mikro kapsul (g)}}{\text{bobot padatan total (g)}} \times 100\% \quad (3)$$

Uji kelarutan dalam air (AOAC, 1995). Bubuk oleoresin hasil mikro kapsul ditimbang sebanyak 1 gram (a) dan dilarutkan dalam 20 ml air destilata kemudian disaring dengan memakai pompa vakum dan kertas saring Whatman no. 42. Sebelum digunakan, kertas saring dikeringkan dalam

oven 105°C selama 30 menit dan ditimbang (b). Setelah penyaringan, kertas saring dikeringkan kembali dalam oven selama 1 jam pada suhu 105 °C. Setelah itu, kertas saring didinginkan di desikator kemudian ditimbang sampai tercapai bobot tetap (c).

$$\text{Kelarutan dalam air (\%)} = 1 - \frac{(c-b)}{a} \times 100\% \quad (4)$$

Uji kadar minyak atsiri metode hidrodestilasi Clevenger (Rennecius dkk., 1988). Bubuk oleoresin hasil mikro kapsul ditimbang sebanyak 50 gram dimasukkan kedalam labu 1 liter, kemudian ditambahkan akuades 500 ml dan batu didih. Sampel didestilasi selama 5 jam dan minyak atsiri yang tertampung pada tabung terpisah berskala dicatat volumenya. Lalu ditentukan bobot minyak atsiri dengan mengalikan volume dengan densitas dari oleoresinnya. Kadar minyak atsiri dinyatakan dalam basis kering setelah dikurangi kadar airnya (% KA). Rumus perhitungan kadar minyak atsiri ditentukan sebagai berikut :

$$\text{Kadar minyak atsiri (\%)} = \frac{\text{bobot minyak yang diperoleh (g)}}{\text{bobot bahan (g)(100 - \%KA/100)}} \times 100\% \quad (5)$$

Uji oil recovery (Komari, 1994). *Oil recovery* menyatakan perbandingan berat minyak atsiri yang dihasilkan dari mikro kapsul dengan jumlah berat minyak atsiri dari oleoresin yang digunakan. Perhitungan *oil recovery* tentukan sebagai berikut:

$$\text{Oil recovery (\%)} = \frac{a \times b \times c}{d \times e \times f} \times 100\% \quad (6)$$

- a = volume minyak (ml)
- b = bobot jenis minyak atsiri (0.8987 g/ml)
- c = rendemen produk(%)
- d = kadar minyak atsiri pada oleoresin (%)
- e = oleoresin yang ditambahkan (%)
- f = berat mikro kapsul (g)

Uji kadar surface oil. Kadar minyak di permukaan mikro kapsul menunjukkan jumlah minyak oleoresin yang tidak tersalut dalam mikro kapsul. Sebanyak 10 gram sampel mikro kapsul dilarutkan dalam 10 ml heksana, diaduk selama 10 detik selanjutnya disaring dengan kertas saring. Hasil saringan kemudian dicuci kembali dengan heksana 10 ml sebanyak tiga kali dan disaring dengan kertas saring yang sama. Filtrat kemudian diuapkan dengan *vacum evaporator* dengan suhu water bath 60 °C. selanjutnya dimasukkan ke oven 85 °C selama 1 jam. Kemudian labu ditimbang. Bobot minyak atsiri dihitung dengan mengurangi bobot labu isi dengan labu kosong. Kadar *surface oil* ditentukan dengan rumus sebagai berikut :

$$\text{Kadar surface oil(\%)} = \frac{\text{bobot labu isi} - \text{bobot labu kosong}}{\text{bobot sampel (10 gram)}} \times 100\% \quad (7)$$

Uji kadar air metode destilasi Azeotropik (AOAC, 1980). Analisis kadar air dilakukan dengan metode azeotropik. Metode ini digunakan untuk analisis bahan-bahan yang mengandung senyawa volatil. Sebanyak 10 gram bubuk oleoresin dimasukan dalam labu didih, kemudian ditambahkan 60-100 ml toluena. Selanjutnya didestilasi dengan seperangkat alat destilasi khusus dengan penampungan air yang menguap. Destilasi dilakukan sampai air dalam penampung tidak bertambah lagi (selama 3 jam). Didinginkan hasil destilat dan catat volume air yang terbentuk. Volume air dibaca dan dihitung persentasi air dan berat contoh. Rumus perhitungan kadar air ditentukan sebagai berikut :

$$\text{Kadar air (\%)} = \frac{\text{bobot air (g)}}{\text{bobot bahan (g)}} \times 100\% \quad (8)$$

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penentuan Bahan Pengemulsi

Nilai kelarutan terhadap kelima perlakuan bahan pengemulsi disajikan pada Tabel 3.

Tabel 3. Data kelarutan emulsi oleoresin lada

Bahan pengemulsi	Uji kelarutan (%)*
Tween 80	99,47±0,18 ^a
Gum arab	99,78±0,03 ^b
CMC	99,39±0,17 ^a
Gum arab + CMC	99,50±0,02 ^a
Gum arab + tween	99,57±0,02 ^a

* huruf yang berbeda menunjukkan perbedaan signifikansi pada taraf 5%

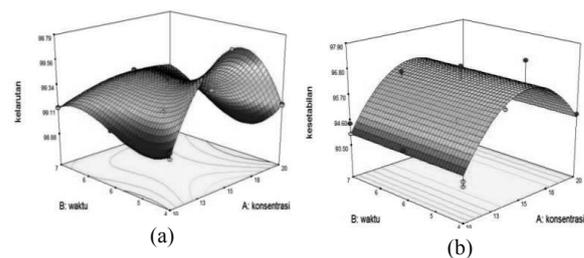
Rancangan percobaan yang digunakan adalah rancangan acak lengkap dan dianalisis dengan uji ragam pada taraf signifikansi 5%. Berdasarkan uji ragam menunjukkan hasil yang signifikan, artinya ada perlakuan yang berbeda nyata terhadap nilai kelarutan. Berdasarkan uji lanjut Duncan, gum arab berbeda nyata dengan keempat bahan pengemulsi lain terhadap nilai kelarutan dalam air pada taraf signifikansi 5%. Selain itu, bahan pengemulsi gum arab memiliki nilai kelarutan tertinggi, yaitu 99,78%, sehingga bahan pengemulsi

yang terpilih untuk proses optimasi emulsifikasi oleoresin lada adalah gum arab.

Gum arab jauh lebih mudah larut dalam air dibanding hidrokoloid lainnya, dan merupakan bahan pengemulsi yang sangat baik untuk tipe emulsi *oil in water (o/w)* untuk obat dan pangan (Murwan dkk., 2008). Pada olahan pangan, gum arab digunakan untuk mendorong pembentukan emulsi lemak yang efektif dan mencegah kristalisasi. Gum arab digunakan sebagai bahan pengemulsi karena memiliki berbagai fungsi, yaitu: sebagai pelindung koloid, pembangun film dan lapisan gel, inhibitor oksidasi, dan sebagai *stabilizer* (Murwan dkk., 2008).

Optimasi Proses Emulsifikasi

Analisis respon proses emulsifikasi. Respon yang diuji dalam proses emulsifikasi oleoresin lada adalah kelarutan dalam air dan kestabilan emulsi. Hasil analisis respon proses emulsifikasi disajikan pada Tabel 4.



Gambar 1. Grafik tiga dimensi pada optimasi proses emulsifikasi, (a) respon kelarutan dalam air, (b) respon kestabilan emulsi

Berdasarkan uji ragam, menunjukkan hasil signifikan (Sig), artinya ada perlakuan yang berbeda nyata yang diberikan oleh 16 perlakuan terhadap respon kelarutan dan kestabilan emulsi pada taraf signifikansi 5%. Berdasarkan model matematika, kelarutan dalam air dan kestabilan emulsi dipengaruhi oleh konsentrasi bahan pengemulsi dan lama homogenisasi. Selain itu, dipengaruhi juga oleh interaksi antara kedua komponen tersebut (Gambar 1).

Tabel 4. Hasil analisis respon proses emulsifikasi

Respon	Model matematika	R-squared	p-value	Sig
Kelarutan	Y = +94,04 + 2,00X ₁ - 2,73 X ₂ - 0,34X ₁ X ₂ - 0,06X ₁ ² + 0,91X ₂ ² + 7,4x10 ⁻³ X ₁ ² X ₂ + 0,01X ₁ X ₂ ² - 0,06X ₂ ³	0,9898	0,0001	Sig
Kestabilan	Y = 96,51 + 0,30 X ₁ - 0,11 X ₂ - 0,076 X ₁ X ₂ - 2,19 X ₁ ² + 0,20 X ₂ ²	0,7819	0,0001	Sig

X₁ = Konsentrasi bahan pengemulsi

X₂ = Lama homogenisasi

Semakin tinggi konsentrasi gum arab maka nilai kelarutan dalam air semakin meningkat. Hal ini dikarenakan gum arab yang memiliki kelarutan tinggi dalam air (Murwan dkk., 2008). Semakin lama waktu pengadukan maka emulsi yang terbentuk semakin baik dan kelarutan dalam air akan semakin tinggi. Akan tetapi pengadukan yang terlalu lama harus dihindari, karena mempengaruhi kesetabilan dan pembentukan emulsi. Kelarutan dalam air suatu emulsi yang baik terjadi pada waktu-waktu tertentu (Rita, 2011). Titik optimasi terjadi pada konsentrasi gum arab 15% dan lama homogenisasi 4 menit yang memberikan nilai kelarutan sebesar 99,75%.

Semakin tinggi konsentrasi gum arab maka nilai kestabilan emulsi semakin meningkat. Hal ini dikarenakan kandungan protein gum arab yang mengandung rantai polipeptida hidrofilik dan hidrofobik berfungsi menstabilkan sistem emulsi. Sedangkan kandungan karbohidratnya dapat menghambat flokulasi dan perpaduan melalui tolakan elektrostatis dan sterik (Murwan dkk., 2008). Semakin lama waktu homogenisasi dapat menghasilkan energi yang semakin besar untuk membuat bahan pengemulsi lebih mampu menstabilkan droplet air pada produk emulsi (McClement, 2004). Menurut Ghannam (2005), semakin lama homogenisasi akan menghasilkan emulsi yang lebih stabil. Akan tetapi, pengadukan yang terlalu lama harus dihindari, karena mempengaruhi kestabilan dan pembentukan emulsi. Titik optimum terjadi pada konsentrasi gum arab 15% dan lama homogenisasi 4 menit yang memberikan nilai kestabilan emulsi sebesar 97,78%. Berdasarkan penelitian Murwan dkk. (2008), Konsentrasi gum arab yang digunakan untuk menstabilkan sistem emulsi sebesar 20% dengan nilai kestabilan emulsi sebesar 97,40%. Emulsi minuman rasa jeruk dengan gum arab sebagai bahan pengemulsi memberikan kesetabilan emulsi yang tinggi pada konsentrasi gum arab sebesar 15% (Saifullah, 2011).

Optimasi dan Verifikasi Proses Emulsifikasi

Proses optimasi dilakukan untuk mendapatkan suatu proses dengan faktor dan respon yang optimal. Respon yang optimal diperoleh jika nilai *desirability* mendekati satu. Semakin tinggi nilai *desirability* menunjukkan semakin tingginya kesesuaian proses emulsifikasi oleoresin lada yang optimal dengan kriteria yang diinginkan. Kriteria yang diinginkan adalah dengan memaksimalkan nilai respon kelarutan dan kestabilan emulsi. Berdasarkan hasil analisis 16 perlakuan pada proses emulsifikasi, titik optimum diperoleh pada perlakuan yang memiliki konsentrasi 15% dan waktu 4 menit, memberikan nilai *desirability* sebesar 0,8658 atau 86,58%, artinya keinginan berdasarkan kriteria optimasi yang ditetapkan dapat dipenuhi sebesar 86,58%. Tahap selanjutnya dilakukan verifikasi. Verifikasi bertujuan untuk melakukan

pembuktian terhadap prediksi dari nilai respon solusi proses optimum yang diberikan oleh program *Design Expert 7.0*. Pada tahapan ini, akan didapatkan nilai respon aktual yang kemudian akan dibandingkan dengan prediksi respon yang dihasilkan oleh persamaan pada Tabel 4.

Tabel 5. Prediksi dan hasil aktual pada optimasi proses emulsifikasi

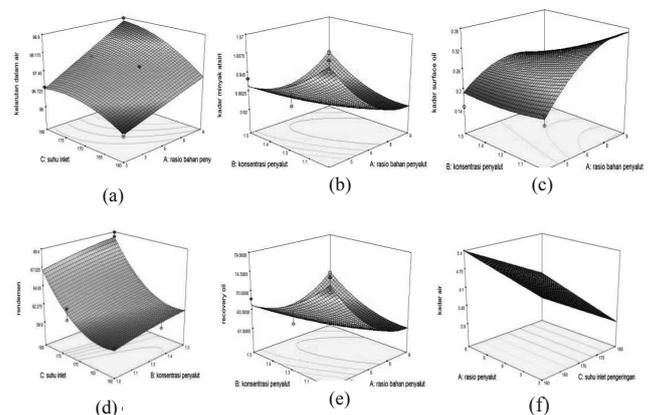
Respon	Prediksi	Aktual	95% CI low	95% CI high
Kelarutan (%)	99,78	99,80	99,72	99,84
Kestabilan (%)	96,62	97,15	96,06	97,19

Hasil verifikasi pada Tabel 5 menunjukkan nilai aktual hasil verifikasi uji kelarutan sebesar 99,80% dan uji kesetabilan emulsi sebesar 97,15%. Nilai yang diperoleh dari uji kelarutan dalam air dan uji kesetabilan emulsi hasil verifikasi yang didapatkan memenuhi syarat 95% *Confident Interval (CI)*. Oleh karena itu persamaan yang didapatkan dianggap baik untuk menentukan proses optimum dan respon yang didapatkan.

Optimasi Proses Mikroenkapsulasi Oleoresin Lada

Analisis respon proses mikroenkapsulasi. Respon yang diuji dalam proses mikroenkapsulasi oleoresin lada adalah rendemen mikrokapsul, kelarutan dalam air, kadar minyak atsiri, *oil recovery*, kadar *surface oil*, dan kadar air. Hasil analisis respon proses mikroenkapsulasi disajikan pada Tabel 6.

Berdasarkan uji ragam, menunjukkan hasil signifikan (Sig), artinya ada perlakuan yang berbeda nyata yang diberikan oleh 20 perlakuan terhadap keenam respon pada taraf signifikansi 5%. Berdasarkan model matematika pada Tabel



Gambar 2. Grafik tiga dimensi pada optimasi proses mikroenkapsulasi, (a) respon kelarutan dalam air, (b) respon kadar minyak atsiri, (c) respon *surface oil*, (d) respon rendemen, (e) respon *oil recovery* (f) respon kadar air

Tabel 6. Hasil analisis respon proses mikroenkapsulasi

Respon	Model matematika	R-squared	p-value	
Rendemen	$Y = +684,89 -1,75X_1 -4,25X_2 +7,63X_3 +0,361X_1X_2 - 8,9 \times 10^{-3}X_1X_3 +0,067X_2X_3 +0,22X_1^2 -2,86X_2^2 +0,023X_3^2$	0,9565	0,0001	Sig
Kelarutan	$Y = +102,54 -0,40X_1 -22,96X_2 +0,055X_3 +0,46X_1X_2 +5,30X_2^2$	0,8295	0,0001	Sig
Kadar atsiri	$Y = +2,06 -0,13X_1 - 1,89X_2 +3,37 \times 10^{-3}X_3 +0,09X_1X_2 -3,4 \times 10^{-4}X_1X_3 +6,3 \times 10^{-3}X_1^2 +0,54X_2^2$	0,9059	0,0001	Sig
Oil recovery	$Y = +140,54 -9,20X_1 -128,52X_2 +0,27X_3 +6,17X_1X_2 -0,03X_1X_3$	0,9122	0,0003	Sig
Surface oil	$Y = +7,46 +0,27X_1 -0,33X_2 -0,08X_3 -0,04X_1X_2 -7,2 \times 10^{-4} X_1X_3 +3 \times 10^{-4}X_2X_3 -5, \times 10^{-3}X_1^2 +0,15X_2^2 + 2,24 \times 10^{-4}X_3^2$	0,8851	0,0012	Sig
Kadar air	$Y = +4,13 -1,26 X_3$	0,9056	0,0001	Sig

X_1 = Rasio bahan penyalut (maltodekstrin : natrium kaseinat)
 X_2 = Konsentrasi bahan penyalut
 X_3 = Suhu inlet pengeringan

6, nilai kelarutan dalam air, kadar minyak atsiri, *recovery oil*, *surface oil*, dan rendemen mikrokapsul dipengaruhi oleh rasio bahan penyalut, konsentrasi bahan penyalut, dan suhu inlet pengeringan. Adapun nilai kadar air, hanya dipengaruhi oleh suhu inlet pengeringan. Persamaan model matematika untuk keenam respon masing-masing dapat dilihat pada Gambar 2.

Penggunaan maltodekstrin dan natrium kaseinat sebagai penyalut disebabkan adanya keunggulan dan kelemahan dari masing-masing bahan. Maltodekstrin memiliki kelarutan tinggi dalam air, memiliki viskositas rendah pada konsentrasi tinggi, memiliki *flavor release* yang bagus, memiliki harga yang terjangkau dan mudah diperoleh. Akan tetapi, maltodekstrin memiliki kemampuan yang kurang baik, dan kurang efektif untuk menstabilkan. Natrium kaseinat memiliki kemampuan emulsifikasi yang baik, kelarutan dalam air tinggi, stabilitas panas baik, akan tetapi memiliki viskositas yang tinggi sehingga dapat mempersulit proses pengeringan semprot, dan memiliki pelepasan flavor yang kurang baik (Harimurti dkk., 2011). Perbandingan maltodekstrin dan natrium kaseinat yang tepat diharapkan dapat menghasilkan bubuk oleoresin lada dengan respon yang optimal.

Penggunaan natrium kaseinat sebagai bahan penyalut mempengaruhi nilai lima respon yang diukur, yaitu: kelarutan dalam air, kadar minyak atsiri, *recovery oil*, *surface oil*, dan rendemen mikrokapsul. Hal ini disebabkan natrium kaseinat dapat menurunkan tegangan permukaan antara dua fase yang disebabkan adanya karakter ampifilik yang kuat dari komponen utama kasein yang mengandung senyawa α S1-Kasein (lebih hidrofilik) dan β -Kasein (lebih hidrofobik) (Ruis, 2007). Hal ini menjadikan minyak yang terdispersi di dalam larutan bahan penyalut teremulsi dengan lebih baik dan kehilangan minyak selama proses pengemulsian maupun proses pengeringan dapat

diminimalkan sehingga kadar minyak atsiri dan *oil recovery* semakin tinggi dengan penambahan jumlah natrium kaseinat (Harimurti dkk., 2011). Rendahnya nilai *surface oil* ini juga dapat disebabkan karena kemampuan natrium kaseinat sebagai penstabil emulsi yang baik.

Titik optimum terjadi pada perbandingan maltodekstrin dan natrium kaseinat (3 : 1), atau 25% natrium kaseinat dari total bahan penyalut dengan konsentrasi total penyalut 10% yang memberikan nilai rendemen, kelarutan dalam air, kadar minyak atsiri, dan *oil recovery* yang tinggi, yaitu masing-masing sebesar 68,74%, 97,92%, 1,06%, 78,52%. dan kadar *surface oil* yang rendah, yaitu sebesar 0,21%. Menurut penelitian Sudibyo dan Simanjatak (2009), mikroenkapsulasi pada oleoresin lada terbaik dengan konsentrasi oleoresin 10% dan rasio maltodekstrin dan natrium kaseinat 75: 25 yang memberikan nilai rendemen 68,75%, kadar air 3,75%, dan kadar minyak atsiri 2,25%. Menurut Harimurti dkk. (2011), mikroenkapsulasi pada oleoresin jahe yang terbaik diperoleh dengan menggunakan kombinasi maltodekstrin dan natrium kaseinat (92,50 : 7,50) dengan nilai *oil recovery* tertinggi (87,50%), dan *surface oil* terendah (0,27%).

Suhu pengeringan pada proses mikroenkapsulasi oleoresin lada mempengaruhi keenam respon yang diukur. Suhu yang tinggi dapat mencegah mikrokapsul yang dikeluarkan oleh *nozzle* menempel atau melekat pada dinding. Semakin sedikit bahan yang menempel pada dinding, maka semakin baik mikrokapsul yang dihasilkan. Suhu pengeringan yang tinggi dapat meningkatkan nilai rendemen, kelarutan dalam air, kadar atsiri dan *oil recovery*. Selain itu, suhu pengeringan yang tinggi dapat menurunkan kadar air dan *surface oil*. Titik optimum terjadi pada suhu 180 °C yang memberikan nilai rendemen, kelarutan dalam air, kadar

minyak atsiri, dan *oil recovery* yang tinggi yaitu masing-masing sebesar 68,74%, 97,92%, 1,06%, dan 78,52%, dan kadar air dan *surface oil* yang minimum, yaitu masing-masing sebesar 0,21%, dan 2,89%. Menurut Yuliani dkk. (2007), suhu inlet pengeringan 170 °C pada proses pengeringan semprot menghasilkan mikrokapsul oleoresin jahe dengan karakteristik terbaik. Pada kondisi tersebut, *surface oil*, dan kadar air memiliki nilai yang rendah, masing-masing 0,15%, 1,85%, dan memiliki kelarutan tertinggi sebesar 94,38%.

Optimasi dan Verifikasi Proses Mikroenkapsulasi

Kriteria optimasi yang diinginkan pada proses optimasi mikroenkapsulasi adalah dengan memaksimalkan nilai rendemen, kelarutan dalam air, kadar minyak atsiri, dan *recovery oil*, dan meminimumkan nilai kadar *surface oil* dan kadar air. Berdasarkan hasil analisis 20 perlakuan pada proses mikroenkapsulasi, titik optimum diperoleh pada perlakuan yang memiliki rasio maltodekstrin dan natrium kaseinat (3:1), konsentrasi bahan penyalut 10%, dan suhu inlet pengeringan 180 °C dengan nilai *desirability* sebesar 0,846 atau 84,16%, artinya keinginan berdasarkan kriteria optimasi yang ditetapkan dapat dipenuhi sebesar 84,16%. Tahap selanjutnya dilakukan verifikasi. Pada tahapan ini, akan didapatkan nilai respon aktual yang kemudian akan dibandingkan dengan prediksi respon yang dihasilkan oleh persamaan pada Tabel 6.

Tabel 7. Prediksi dan hasil aktual pada optimasi proses mikroenkapsulasi

Respon	Prediksi	Aktual	95% CI low	95% CI high
Kadar minyak atsiri (%)	1,04	1,04	1,00	1,08
Kelarutan dalam air (%)	97,78	98,18	97,13	98,43
Kadar <i>surface oil</i> (%)	0,20	0,20	0,11	0,29
Kadar air (%)	2,86	2,45	2,29	3,43
<i>Oil recovery</i> (%)	76,92	77,07	74,23	79,61
Rendemen (%)	68,79	69,87	67,06	70,53

Berdasarkan hasil verifikasi, nilai kadar minyak atsiri, kelarutan dalam air, kadar *surface oil*, kadar air, *recovery oil*, dan rendemen mikrokapsul masing masing diperoleh sebesar 1,04%, 98,18%, 0,20%, 2,45%, 77,07%, dan 69,87%. Nilai yang diperoleh dari keenam uji respon proses mikroenkapsulasi oleoresin lada hasil verifikasi yang didapatkan memenuhi 95% *Confident Interval (CI)*. Oleh karena itu, persamaan yang didapatkan dianggap baik untuk menentukan proses optimum dan respon yang didapatkan.

Perbaikan mutu produk bubuk oleoresin lada ditunjukkan oleh kriteria respon pada optimasi proses mikroenkapsulasi. Berdasarkan respon yang diukur, produk bubuk oleoresin lada memiliki beberapa keunggulan, antara lain: memiliki

kelarutan dalam air yang sangat tinggi, memiliki rasa dan aroma yang kuat, memiliki kadar air dan *surface oil* yang rendah.

Oleoresin yang belum dilakukan proses mikroenkapsulasi memiliki kelarutan dalam air yang sangat rendah, bahkan tidak larut dalam air. Produk hasil optimasi proses mikroenkapsulasi menunjukkan adanya perbaikan terhadap nilai kelarutan. Nilai kelarutan dalam air pada bubuk oleoresin hasil mikrokapsul yang optimum setelah dilakukan verifikasi sebesar 98,18%. Nilai ini menunjukkan bahwa oleoresin yang dilakukan proses emulsifikasi dan mikroenkapsulasi memiliki sifat kelarutan dalam air yang sangat baik, sehingga penggunaan sebagai bumbu masak menjadi lebih praktis dan efisien.

Bubuk oleoresin lada hasil proses mikroenkapsulasi memiliki rasa dan aroma khas lada yang lebih kuat. Hal ini ditunjukkan dengan nilai kandungan minyak atsiri yang cukup tinggi pada mikrokapsul yaitu 1,04%. Berdasarkan Badan Standar Nasional Indonesia (1995), kadar minyak atsiri pada bubuk lada harus memiliki nilai minimal sebesar 0,70%. Berdasarkan penelitian Nugraha (2009), dan Nasrullah (2010) terhadap mikrokapsul oleoresin lada yang menghasilkan nilai kadar atsiri terbaik masing-masing sebesar 0,71%, dan 0,68%. Nilai kadar atsiri yang diperoleh pada penelitian ini lebih baik dibandingkan dengan penelitian sebelumnya dan sudah menunjukkan perbaikan terhadap produk oleoresin lada.

Jumlah kadar air dan *surface oil* yang rendah dapat menjadikan produk bubuk oleoresin lada yang dihasilkan menjadi lebih awet, karena dapat mencegah pertumbuhan mikroba dan oksidasi lemak, sehingga diharapkan memiliki umur simpan yang panjang. Kadar air dan *surface oil* yang dihasilkan masing-masing sebesar 2,45% dan 0,20%. Berdasarkan penelitian Sudibyo dan Simanjutak (2009), mikrokapsul oleoresin lada terbaik menghasilkan nilai kadar air sebesar 3,75%. Selain itu, berdasarkan penelitian Harimurti dkk. (2011), terhadap mikroenkapsulasi oleoresin jahe menghasilkan nilai kadar air dan *surface oil* masing-masing sebesar 4,97% dan 0,27%. Menurut Reineccius (2004), syarat produk mikrokapsul oleoresin yang diperoleh dari pengering semprot memiliki kadar air maksimal sebesar 6%. Nilai kadar air yang diperoleh pada penelitian ini lebih baik dibandingkan penelitian sebelumnya dan telah memenuhi standar mutu produk mikrokapsul.

KESIMPULAN

Bahan pengemulsi yang terpilih adalah gum arab yang memiliki kelarutan dalam air tertinggi, yaitu 99,78%. Pada optimasi proses emulsifikasi, titik optimum terjadi pada perlakuan yang memiliki konsentrasi bahan pengemulsi 15%

dan lama homogenisasi 4 menit dengan respon nilai kelarutan diperoleh sebesar 99,80% dan kestabilan emulsi diperoleh sebesar 97,15% dengan nilai *desirability* sebesar 86,58% dapat terverifikasi. Pada optimasi proses mikroenkapsulasi, titik optimum terjadi pada perlakuan yang memiliki rasio maltodekstrin dan natrium kaseinat (3 : 1), konsentrasi bahan penyalut 10%, dan suhu inlet pengeringan 180 °C dengan respon nilai kadar minyak atsiri sebesar 1,04%, kelarutan dalam air sebesar 98,18%, kadar *surface oil* sebesar 0,20%, kadar air sebesar 2,45% dengan nilai *desirability* sebesar 84,16% dapat terverifikasi. Perbaikan mutu produk bubuk oleoresin lada diperoleh dari kriteria respon pada optimasi proses mikroenkapsulasi. Keunggulan produk hasil mikrokapsul, antara lain : memiliki kelarutan yang tinggi (98,18%.), memiliki kadar minyak atsiri yang tinggi (1,04%), dan memiliki kadar air dan *surface oil* yang rendah masing-masing sebesar 2,45% dan 0,20. Respon yang diukur memenuhi persyaratan dari standar produk mikrokapsul

DAFTAR PUSTAKA

- Ahn, J.H., Kim, Y.P., Seo, E.M., Choi, Y.K. dan Kim, H.S. (2007). Antioxidant effect of natural plant extracts on the microencapsulated high oleic sunflower oil. *Journal of Food Engine* **84**: 327-334.
- AOAC (1980). *Official Methods of Analysis*. AOAC Publisher. Washington DC.
- AOAC (1995). *Official Methods of Analysis*. AOAC Publisher. Washington DC.
- Badan Standarisasi Nasional (1995). SNI. 01-0005. *Lada Hitam*. Badan Standarisasi Nasional. Jakarta.
- Ghannam, M.T. (2005). Water-in crude oil emulsion stability investigation. *Petroleum Science and Technology* **23**: 649-667.
- Harimurti, N., Nhestricia, N., Subardjo, S.Y. dan Yuliana, S. (2011). Effect of oleoresin concentration and composition of encapsulating materials on properties of the microencapsulated ginger oleoresin using spray drying method. *Journal of Agriculture* **4**(1): 33-39.
- Jafari, S.M., Assadpoor, E., He, Y. dan Bhandari, B. (2008). Re-coalescence of emulsion droplets during high-energy emulsification. *Journal Food Hydrocolloid*. **22**: 1191- 1202.
- Komari (1994). Mikroenkapsulasi minyak ikan untuk fortifikasi asam lemak omega-3 dalam makanan. *Majalah Gizi Indonesia* **19**(1-2): 90-100.
- McClements, D.J. (2004). *Food Emulsion Principles, Practices, and Techniques*. CRC Press, New York.
- Medane, A., Muriel, J., Joel, S. dan Sthephanie, D. (2006). Flavour encapsulation and controlled release - a review. *International Journal of Food Science and Technology* **41**: 1-21.
- Murwan, K., Kheir, S., Gasim, A., Yagoub dan Baker, A.A. (2008). Emulsion-stabilizing effect of gum from *Acacia senegal* (l) willd the role of quality and grade of gum, oil type, temperature, stirring time and concentration. *Pakistan Journal of Nutrition* **7**(3): 395-399.
- Nasrullah, F. (2010). *Pengaruh Komposisi Bahan Pengkapsul terhadap Kualitas Mikrokapsul Oleoresin Lada Hitam (Piper nigrum L)*. Skripsi. Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- Nugraha, G. (2009). *Penentuan Konsentrasi Efektif Bahan Pengkapsul dalam Proses Mikroenkapsulasi Oleoresin Lada Hitam (Piper nigrum L)*. Skripsi. Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- Rita, I. (2011). *Proses Emulsifikasi dan Analisis Biaya Produksi Minuman Emulsi Minyak Sawit Merah*. Tesis. Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- Ruis H.G.M. (2007). *Structure Rheology Relations in Sodium Caseinate in Containing Systems*. Tesis. Wengenigen University, Netherland.
- Saifullah, M. dan Aziz, M.G. (2011). Development of orange flavour emulsion. *Journal Bangladesh Agriculture* **9**(2): 291-296.
- Shaikh, J.R., Bosale dan Singhal, R. (2006). Microencapsulation of black pepper oleoresin *Journal Food Chemistry* **94**: 105-110.
- Sudibyo, A., Djubaedah, E., Suprpto dan Nasyirudin (1995). Studi mikroenkapsulasi oleoresin lada menggunakan pengering semprot. *Journal of Agro-Based Industry* **12**: 85-90.
- Sudibyo, A. dan Simanjuntak, H.P. (2009). Pengaruh tingkat konsentrasi oleoresin dan komposisi penyalut terhadap karakteristik mikroenkapsulasi oleoresin lada. *Journal of Agro-Based Industry* **26**(2): 13- 24.
- Reineccius, G.A. (1988). Spray-drying of food flavor. Dalam: Reineccius G.A. dan Risch, S.J. (ed.). *Flavor Encaplulation*. American Chemical Society, Washington D.C.
- Reineccius, G.A. (2004). The spray drying of food flavours. *Drying Technology* **22**(6): 1289- 1324.
- Yuliani, S., Desmawarni dan Harimurni, N. (2007). Pengaruh laju alir umpan dan suhu inlet spray drying pada karakterisasi mikrokapsul oleoresin jahe. *Jurnal Pascapanen* **4**(1): 18-26.