

Pemanfaatan Polimer Alam Kappa-Karagenan dan Glukomanan untuk Mikroenkapsulasi *Extra Virgin Olive Oil*

Viona Rohmah Armia Gita Kusuma, Gemilang Ramadhan Syahputraningrat, Halimah Madania Rahman, Fadilah*

Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Sebelas Maret, Surakarta, Indonesia 57126

*Corresponding author: fadilah@staff.uns.ac.id

DOI: <https://dx.doi.org/10.20961/equilibrium.v6i1.58249>

Article History

Received: 07-01-2022, Accepted: 09-03-2022, Published: 24-04-2022

Kata kunci:

Extra Virgin Olive Oil, Koaservasi, Mikroenkapsulasi, Polimer

ABSTRAK. *Extra virgin olive oil* (EVOO) adalah olahan pertama minyak zaitun tanpa campuran ekstrak lainnya yang mengandung senyawa antioksidan berupa senyawa fenolik, tokoferol, skualena, klorofil, β -karoten, dan polifenol. Untuk melindungi senyawa antioksidan ini dari pengaruh lingkungan maka perlu dienkapsulasi. Mikroenkapsulasi merupakan penyalutan tipis dengan polimer pada partikel kecil zat padat atau dispersi zat cair dimana ukuran partikel antara 1-5000 μm . Riset ini bertujuan untuk meningkatkan efisiensi mikroenkapsulasi dengan variabel pengaruh penambahan volume bahan inti dan komposisi campuran polimer pada mikroenkapsulasi EVOO dengan penyalut polimer alam kappa-karagenan dan glukomanan menggunakan metode koaservasi. Keberhasilan EVOO tersalut dalam polimer ditunjukkan berdasarkan rendemen mikrokapsul, analisis gugus fungsi dengan Fourier Transform Infra-Red Spectrophotometer (FTIR), analisis morfologi dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM), dan efisiensi enkapsulasi. Rendemen tertinggi terdapat pada formulasi bahan EVOO 1 mL yaitu sebesar 75,333%. Hasil uji FTIR menunjukkan bahwa proses mikroenkapsulasi dengan metode koaservasi berhasil mengenkapsulasi EVOO dengan polimer alam kappa-karagenan, glukomanan, dan kitosan. Hasil uji SEM menunjukkan mikrokapsul membentuk agregat dan bergerombol, sedangkan penambahan jumlah minyak EVOO dapat menurunkan efisiensi enkapsulasi. Efisiensi enkapsulasi tertinggi terjadi pada penambahan EVOO 0,5 mL yaitu sebesar 74,996 %. Pemilihan dan variasi komposisi polimer juga berpengaruh signifikan terhadap efisiensi yang dihasilkan. Komposisi polimer alam terbaik berdasarkan efiseinsi adalah variasi 0,2 g kappa-karagenan dan 0,1 g glukomanan yaitu sebesar 76,437%.

Keywords:

Extra Virgin Olive Oil, Coaservation Microencapsulation, Polymer

ABSTRACT. *Extra virgin olive oil* (EVOO) is the first processed olive oil without other extracts containing antioxidant compounds in the form of phenolic compounds, tocopherols, squalene, chlorophyll, β -carotene, and polyphenols. To protect this antioxidant from degradation due to the external environment encapsulation is needed. Microencapsulation is a thin polymer coating on small solid particles or liquid dispersions where the particle size ranges from 1-5000 μm . The aim of the research is to increase the efficiency of microencapsulation with the variable effect of the volume core material and the composition of polymer mixture on EVOO microencapsulation using a mixture of natural polymer kappa-carrageenan and glucomannan by coacervation method. The success of coating EVOO by the polymer was demonstrated based on the yield, Fourier Transform Infra-Red Spectrophotometer (FTIR), Scanning Electron Microscope (SEM), and encapsulation efficiency. The highest yield was found using 1 mL EVOO, which was 75.333%. The results of the FTIR showed that the microencapsulation process using the coaservation method succeeded in encapsulating EVOO with natural polymers of kappa-carrageenan, glucomannan, and chitosan. The results of the SEM showed that the microcapsules formed aggregates and clustered, meanwhile increasing the amount of EVOO oil can reduce encapsulation efficiency. The highest encapsulation efficiency occurred at the addition of 0.5 mL of EVOO, which was 74.996%. The selection and variation of polymer composition also have a significant effect on the resulting efficiency. The best natural polymer composition based on efficiency is a variation of 0.2 g kappa-carrageenan and 0.1 g glucomannan, which is 76.437%.

1. PENDAHULUAN

Minyak zaitun (*Olea europaea L.*) merupakan minyak dengan kandungan antioksidan tinggi yang bermanfaat bagi kesehatan. Kualitas minyak zaitun dapat dibedakan berdasarkan mekanisme produksinya yaitu minyak zaitun *extra virgin* (*Extra Virgin Olive Oil* /EVOO) dan minyak zaitun murni (*Refined Olive Oil* /ROO) [1]. Dari kedua jenis tersebut, EVOO memiliki kualitas terbaik karena merupakan perasan pertama minyak zaitun yang diproses secara mekanik tanpa perlakuan kimiawi, sehingga jumlah vitamin dan asam lemak tak jenuh tunggal (MUFA)

golongan asam oleat yang lebih tinggi sebesar 77,4% dibanding jenis minyak zaitun lainnya dan tingkat keasaman dibawah 1% [2].

EVOO mengandung beberapa senyawa antioksidan berupa senyawa fenolik, tokoferol, squalene, klorofil (*pigment*), β -karoten, dan polifenol [3]. Polifenol adalah senyawa kimia alami sebagai antioksidan yang membantu melindungi sel-sel dari radikal bebas dan dapat mencegah risiko penyakit jantung. Namun kandungan antioksidan pada EVOO mudah teroksidasi ketika digunakan dalam proses pengolahan pada suhu tinggi dan penyimpanan pada kondisi tertentu, sehingga diperlukan upaya untuk melindungi EVOO, salah satunya dengan cara mikroenkapsulasi. Prinsip mikroenkapsulasi adalah penyalutan untuk mencegah kontak langsung dengan oksigen, memperlambat evaporasi, dan dapat melindungi bahan inti yang semula berbentuk cair menjadi padatan sehingga mudah dalam penanganan. Menurut, Gardjito et al. (2006) proses mikroenkapsulasi dapat diaplikasikan untuk melindungi komponen pangan yang sensitif, memperpanjang umur simpan, mengurangi kehilangan nutrisi, memperluas kegunaan bahan pangan dan melindungi flavor dan aroma [4].

Metode mikroenkapsulasi dapat dilakukan dengan beberapa cara yaitu teknik koaservasi, *spray drying*, ekstrusi, *freeze drying* dan *spray chilling* [5]. Teknik koaservasi merupakan metode yang banyak digunakan karena memiliki keunggulan biaya lebih murah, cocok diaplikasikan pada senyawa hidrofobik, efisiensi dalam menghasilkan mikrokapsul dengan ukuran yang lebih bervariasi dan mampu menghasilkan minyak berukuran mikro [6].

Keberhasilan proses mikroenkapsulasi dapat ditunjukkan dari efisiensi mikroenkapsulasi yang besarnya dipengaruhi oleh konsentrasi bahan inti dan pemilihan enkapsulan. Menurut Supriyadi dan Rujita (2013), jenis enkapsulan berpengaruh terhadap stabilitas emulsi sebelum pengeringan dan umur simpan produk mikrokapsul setelah pengeringan. Enkapsulan pada riset ini berupa polimer yaitu kappa-karagenan dan glukomanan, kappa-karagenan adalah kelompok polisakarida galaktosa yang diekstraksi dari rumput laut [7].

Karagenan merupakan polimer alam yang dapat dikelompokkan dalam tiga fraksi yaitu kappa-karagenan, iota karagenan, dan lambda karagenan. Dima et al. (2014) melaporkan kappa-karagenan merupakan karagenan yang paling banyak diaplikasikan dalam bidang pangan sebagai bahan tambahan makanan (*food additives*) dan mengandung 20-22% sulfat [5]. Karagenan dapat berfungsi sebagai stabilisator (pengatur keseimbangan), thickener (bahan pengental), pembentuk gel dan lain-lain.

Glukomanan termasuk biopolymer yang mengandung serat tinggi, mudah larut dalam air dan membentuk gel. Dalam industri, glukomanan berfungsi sebagai *thickening* dan *gelling agent* yang mampu membentuk dan menstabilkan struktur gel sehingga dapat digunakan sebagai pengental makanan dan mampu membentuk lapisan tipis (film) yang transparan sehingga cocok sebagai penyalut.

Penggunaan kappa-karagenan dan glukomanan dalam mikroenkapsulasi memerlukan bahan pembantu lain berupa kitosan sebagai pembawa gugus amida bermuatan positif yang berinteraksi dengan kappa-karagenan sebagai gugus ester sulfat yang bermuatan negatif, sehingga dapat membentuk nanopartikel melalui kompleksasi berupa mikrokapsul [8]. Kitosan juga merupakan biopolymer yang bersifat *biodegradable*, *biocompatible*, *bioresorbability*, *antibacterial activity*, tidak larut dalam air dan non-toksik [9]. Penelitian mikroenkapsulasi menggunakan polimer kitosan dan karagenan telah dilakukan oleh Dutta et al. (2016) dengan hasil efisiensi sebesar 55,17%. Berdasarkan penelusuran penelitian yang telah dilakukan oleh peneliti sebelumnya menunjukkan kappa-karagenan dan glukomanan berpotensi sebagai polimer alam yang dapat membentuk gel dan lapis tipis serta keunggulan lain yang sesuai diaplikasikan untuk mikroenkapsulasi [10]. Oleh karena itu, tujuan riset ini adalah (a) membuat mikroenkapsulasi EVOO menggunakan enkapsulan polimer alam kappa-karagenan dan glukomanan dengan variasi komposisi tertentu dan variasi penambahan volume EVOO dan (b) mengevaluasi keberhasilan mikroenkapsulasi berdasarkan rendemen, efisiensi mikroenkapsulasi, dan interpretasi hasil FTIR dan SEM. Perbedaan dari penelitian sebelumnya adalah variasi komposisi polimer yang digunakan, variasi volume EVOO, dan penambahan crosslinking berupa tween-20. Dengan metode enkapsulasi yang dipilih adalah teknik koaservasi dengan bahan pembantu kitosan. Sehingga, dapat meningkatkan efisiensi mikroenkapsulasi EVOO.

2. BAHAN DAN METODE

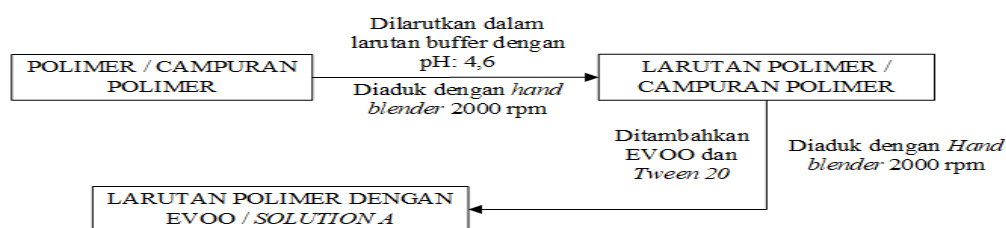
2.1 Alat dan Bahan Penelitian

Bahan utama riset ini adalah EVOO (Filippo Berio), kappa-karagenan (Sigma-Aldrich), glukomanan (Glenki Plant) dan kitosan (Sigma-Aldrich). Bahan tambahan lain yang digunakan meliputi Tween 20 (Sigma-Aldrich), larutan asam asetat glasial (Merck), natrium asetat (Merck), glutaraldehida (Merck), *aquadest*, n-heksana teknis, dan larutan etanol 96%.

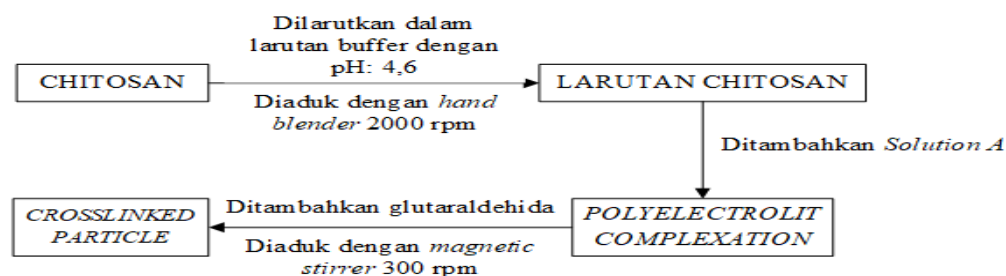
Peralatan yang digunakan untuk pembuatan mikroenkapsulasi adalah gelas beaker, kompor listrik, *magnetic stirrer*, pipet tetes, *one set extractor soxhlet*, erlenmeyer, statif, klem, termometer. Peralatan pendukung meliputi oven, timbangan digital, karet penghisap, cawan porselin, gelas ukur, pengaduk kaca, *hand blender*, pipet volum dan gelas arloji. Peralatan untuk analisis adalah *Fourier Transform Infrared Spectrophotometer* (FTIR) dengan merk Shimadzu tipe IRSpirit dan *Scanning Electron Microscope* (SEM) dengan tipe JEOL JCM-7000 NeoScope Benchtop SEM.

2.2 Tahapan Penelitian

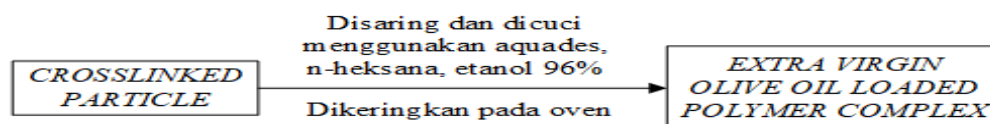
Tahapan utama penelitian yaitu pembuatan *solution A*, pembuatan mikroenkapsulasi dan penyaringan mikroenkapsul, dengan diagram alir masing-masing tahapan disajikan pada Gambar 1, Gambar 2, dan Gambar 3. Pada penelitian terdapat tiga variasi volume EVOO yaitu 0,5 mL; 0,8 mL dan 1 mL. Komposisi polimer terdiri dari dua variasi yaitu komposisi (a) 0,1 g Kappa-karagenan + 0,2 g Glukomanan dan (b) 0,2 g Kappa-karagenan + 0,1 g Glukomanan.



Gambar 1. Diagram Alir Proses Pembuatan *Solution A*



Gambar 2. Diagram Alir Proses Mikroenkapsulasi



Gambar 3. Diagram Alir Proses Penyaringan Mikroenkapsulasi

2.3 Langkah Penelitian

Tiga tahapan penelitian dilakukan dengan langkah-langkah penelitian sebagai berikut:

2.3.1 Tahap Pembuatan *Solution A*

Polimer dengan komposisi 0,1 g Kappa-karagenan + 0,2 g Glukomanan dilarutkan dalam 100 mL larutan *buffer*. Larutan *buffer* dengan pH 4,6 dibuat dengan cara mengencerkan 11,56 mL larutan asam asetat pekat dengan akuades menjadi 1000 mL kemudian ditambahkan dengan 16,4 g natrium asetat yang dilarutkan dalam 1000 mL *aquades*. Polimer dan larutan *buffer* dicampur menggunakan hand blender dengan kecepatan 2000 rpm selama 1 menit. Campuran tersebut ditambahkan EVOO 0,5 mL dan tween 20 sebanyak 1 mL kemudian diaduk kembali menggunakan hand blender selama 1 menit. Dengan cara yang sama dibuat *solution A* untuk volume EVOO 0,8 mL dan 1 mL. Demikian pula pembuatan *solution A* untuk polimer dengan komposisi 0,2 Kappa-karagenan + 0,1 Glukomanan juga dilakukan dengan langkah yang sama dengan di atas.

2.3.2 Tahap Pembuatan Mikroenkapsulasi

Sebelum pembuatan mikroenkapsulasi, terlebih dahulu disiapkan larutan kitosan dengan menimbang 0,3 g kitosan dilarutkan dalam 100 mL larutan *buffer* menggunakan *hand blender* selama 2 menit. *Solution A* diteteskan dalam larutan kitosan menggunakan metode *dropwise* dengan tinggi ± 15 cm dari permukaan larutan kitosan. Saat meneteskan *solution A* pada kondisi suhu kamar, larutan kitosan tetap diaduk menggunakan *magnetic stirrer* berkecepatan 300 rpm, kemudian suhu dinaikkan hingga konstan 70°C dan pengadukan 300 rpm dilanjutkan selama 1,5 jam. Langkah berikutnya larutan tersebut didinginkan hingga tercapai suhu 10-15°C dan ditambahkan glutaraldehida sebanyak 0,5 mL. Selanjutnya suhu dinaikkan hingga 50°C dan diaduk selama 3 jam hingga terbentuk larutan *crosslinked particle*.

2.3.3 Penyaringan Mikroenkapsulasi

Penyaringan mikroenkapsulasi dilakukan dengan menyaring larutan *crosslinked particle* menggunakan kertas saring dan dicuci secara berurutan dengan *aquadest*, larutan n-heksana dan larutan etanol 96%. Setelah pencucian dengan beberapa larutan tersebut, sampel yang tersaring pada kertas saring dikeringkan menggunakan oven pada suhu 50°C selama 15 jam dan hasilnya membentuk mikroenkapsulasi EVOO.

2.3.4 Rendemen Mikro kapsul

Rendemen mikro kapsul merupakan rasio antara produk hasil mikroenkapsulasi dengan bahan baku awal yang digunakan dikalikan 100%.

Rendemen mikro kapsul dihitung menggunakan persamaan (1).

$$\text{Rendemen mikro kapsul} = \frac{\text{Berat mikro kapsul (g)}}{\text{Berat bahan pembuat mikro kapsul (g)}} \times 100\% \quad (1)$$

2.3.5 Analisis FTIR

Uji karakteristik mikroenkapsulasi menggunakan FTIR dengan merk Shimadzu tipe IR Spirit dengan panjang gelombang 400-4000 cm^{-1} , preparasi sampel tidak menggunakan KBr. Uji FTIR dilakukan untuk mengkarakterisasi komponen mikroenkapsulasi yang dihasilkan. Hasil uji FTIR dalam bentuk kromatogram yang dapat dianalisis komposisi gugus fungsi dan struktur molekul senyawa pada sampel melalui puncak-puncaknya.

2.3.6 Analisis Morfologi dengan SEM

Pengujian morfologi dilakukan dengan SEM dengan tipe JEOL Benchtop SEM JCM-7000 dengan perbesaran optimal 20.000 kali, preparasi sampel tidak memerlukan *coating*. Pengujian dilakukan dengan cara mengambil sampel dan menempatkan sampel ke dalam alat SEM dengan tujuan menciptakan permukaan material menggunakan mikroskop elektron dengan perbesaran tinggi. Hasil dari uji SEM berupa gambar perbesaran sampel mikroenkapsulasi.

2.3.7 Efisiensi Enkapsulasi

Pengujian terakhir menggunakan cara ekstraksi padat-cair dengan mengambil sampel yang diperlukan dan memasukkan sampel pada ekstraktor *soxhlet* dengan n-heksana. Uji ini bertujuan untuk menghitung volume minyak yang berhasil terenkapsulasi pada proses penyalutan EVOO.

Efisiensi enkapsulasi dihitung menggunakan persamaan (2).

$$\frac{\text{Berat minyak hasil ekstraksi}}{\text{Berat mikro kapsul ekstrak}} \times \frac{\text{minyak}}{\text{gram}} \quad (2)$$

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Rendemen Mikro kapsul

Hasil perhitungan rendemen mikro kapsul pada proses mikroenkapsulasi menggunakan polimer alam kappa-karagenan dan glukomanan dengan teknik koaservasi ditunjukkan pada Tabel 1 untuk variasi volume EVOO dan Tabel 2 untuk variasi komposisi polimer.

Berdasarkan Tabel 1 dapat dilihat bahwa rendemen tertinggi diperoleh dari formulasi bahan EVOO 1 mL yaitu sebesar 75,333%. Pada hasil analisis dapat dilihat bahwa formulasi rasio bahan inti yaitu EVOO memberikan pengaruh yang signifikan terhadap rendemen yang dihasilkan. Semakin besar rasio bahan inti EVOO maka semakin besar rendemen yang dihasilkan. Hasil tersebut sesuai dengan penelitian Hasrini et al. (2017) yang

menyatakan rendemen dapat digunakan untuk menentukan efisiensi dan efektivitas dari suatu proses mikroenkapsulasi. Semakin tinggi nilai rendemen yang dihasilkan maka semakin efisien proses yang digunakan [11].

Tabel 1. Perbandingan Rendemen Mikrokapsul dengan Variasi Volume EVOO

Volume Minyak (mL)	Berat Mikrokapsul (g)	Berat Bahan Pembuat Mikrokapsul (g)	Rendemen (%)
0,5	1,733	2,705	64,059
0,8	1,950	2,990	65,219
1	2,396	3,180	75,333

Pada Tabel 2 dapat dilihat bahwa presentase rendemen pada formulasi komposisi polimer memberikan pengaruh yang signifikan terhadap rendemen yang dihasilkan. Presentase rendemen pada 0,2 g Kappa-karagenan + 0,1 g Glukomanan lebih tinggi yaitu sebesar 84,7609%. Efektifitas kappa-karagenan juga berperan dalam peningkatan rendemen. Hal ini dikarenakan, pemilihan bahan pelapis yang digunakan dapat mempengaruhi kestabilan mikropartikel, efisiensi proses, dan kemampuan untuk melindungi inti [12]. Pemilihan kappa-karagenan, dikarenakan campuran antara kappa-karagenan dan glukomanan dapat menghasilkan gel yang baik karena terdapat hubungan yang sinergis dalam proses pembentukan gel sehingga dapat menghasilkan gel dengan kekuatan gel yang tinggi dan tekstur yang baik serta elastis. Menurut Zhou et al. (2013), peningkatan jumlah glukomanan akan mengakibatkan elastisitas gel juga meningkat karena kemampuan glukomanan dalam menurunkan tegangan permukaan dari molekul kappa-karagenan. Berdasarkan hal tersebut maka kekuatan gel juga akan mengalami perubahan seiring dengan penambahan proporsi glukomanan dalam pembuatan gel sehingga kekuatan gel akan semakin berkurang [6].

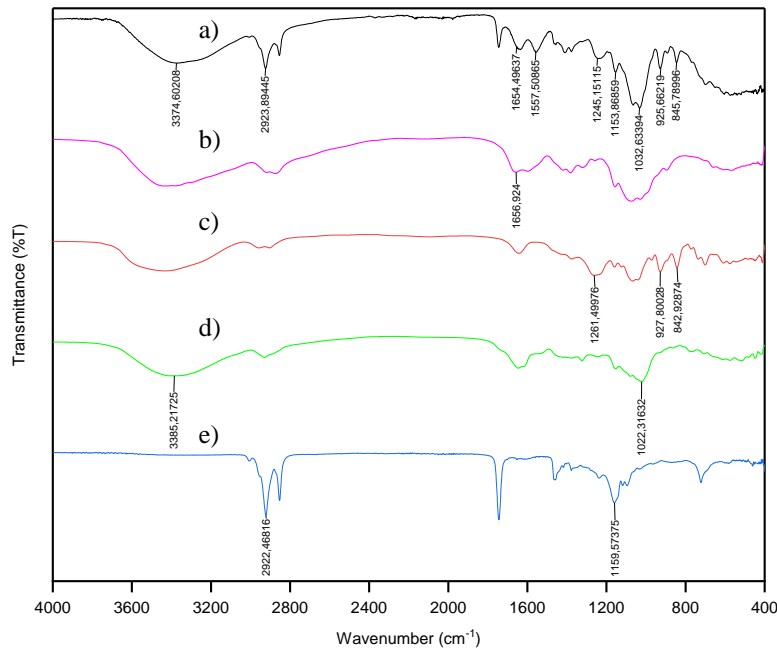
Tabel 2. Perbandingan Rendemen Mikrokapsul dengan Variasi Komposisi Polimer

Komposisi Polimer (g)	Berat Mikrokapsul (g)	Berat Bahan Pembuat Mikrokapsul (g)	Rendemen (%)
0,1 Kappa-karagenan + 0,2 Glukomanan	1,999	2,990	66,875
0,2 Kappa-karagenan + 0,1 Glukomanan	2,534	2,990	84,761

3.2 Analisis FTIR

Analisis FTIR mengidentifikasi gugus fungsi dalam sampel ketika dua atau lebih zat dikompleksasi atau dipisahkan. Untuk menyajikan kompleksasi nanopartikel karagenan-kitosan, spektrum FTIR dipindai dalam panjang gelombang 4000 - 400 cm^{-1} untuk (a) Mikroenkapsulasi EVOO, (b) Kitosan, (c) *k*-karagenan, (d) glukomanan, dan (e) EVOO.

Berdasarkan Gambar 4, sulfat kelompok *k*-karagenan ditandai dengan puncak pada 1261, 927, dan 842 cm^{-1} . Puncak amida I kitosan muncul di 1656 cm^{-1} [13]. Spektrum puncak gugus β -glikosidik glukomanan pada titik 3385,22 cm^{-1} sebagai getaran peregangan -OH dan titik 1022,32 cm^{-1} sebagai getaran pada ikatan C-O-C [14]. Setelah pembentukan polielektrolit kitosan-karagenan-glukomanan kompleks, pita serapan baru pada 1557,5 cm^{-1} terbentuk karena kelompok NH_3^+ muncul. Puncak sulfat kelompok *k*-karagenan terlihat pada 1245,15 cm^{-1} . Selain itu, puncak amida I dari kitosan terlihat pada 1654,5 cm^{-1} , gugus β -glikosidik glukomanan terlihat pada 3374,6 cm^{-1} . Titik puncak spesifik EVOO muncul pada 2922,4 cm^{-1} [15]. Pada hasil mikroenkapsulasi EVOO titik puncak spesifik EVOO terlihat pada 2923,8 cm^{-1} .

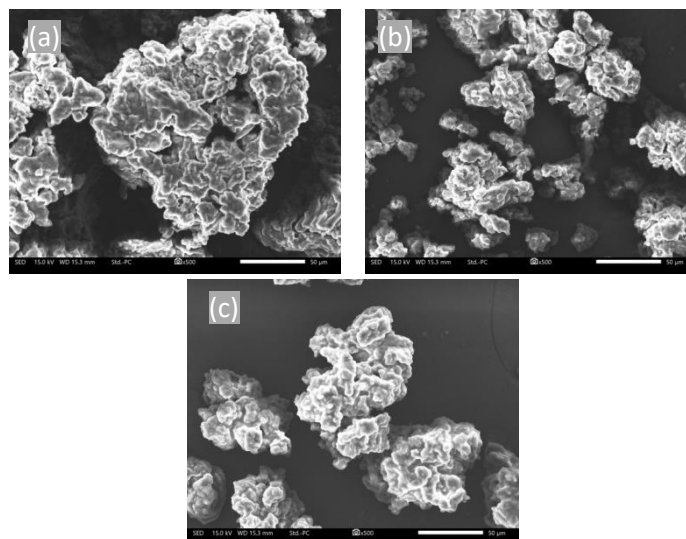


Gambar 4. Spektra FTIR (a) Mikroenkapsulasi EVOO (b) Kitosan (c) Karagenan (d) Glukomanan (e) *Extra Virgin Olive Oil*

3.3 Analisis Morfologi dengan SEM

Pengujian SEM dilakukan pada hasil ikatan silang (*crosslinked*) sampel mikroenkapsulasi dengan polimer penyalut kappa-karagenan dan glukomanan untuk variasi volume EVOO yaitu (0,5; 0,8; 1) mL. Hasil SEM pada Gambar 5, menunjukkan ketiga sampel dengan perbesaran 500 x tidak jauh berbeda karena adanya efek dari teknik koaservasi yang dilakukan untuk membentuk gabungan struktur partikulat yang menyatu. Morfologi ketiga sampel menunjukkan adanya bentuk mikrokapsul yang melekat satu sama lain, menurut Khamidah et al. (2017) bentuk ini diduga mikrokapsul sudah menggumpal karena tingginya kadar air [16].

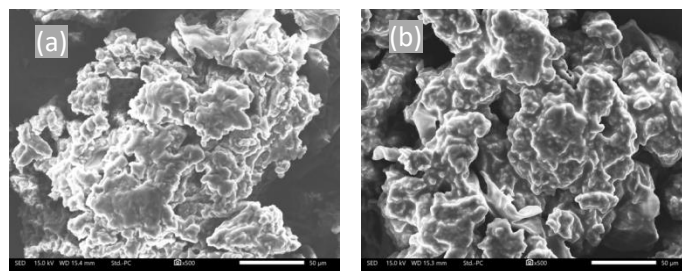
Dari ketiga sampel mikrokapsul menunjukkan permukaan yang tidak rata, berstruktur dan memperlihatkan bentuk agregat, agregat adalah pengumpulan antara partikel satu dengan yang lain. Namun morfologi sampel (a) menunjukkan permukaan yang lebih luas, berstruktur dan halus dibandingkan kedua sampel yang lain. Hal ini diakibatkan oleh perbedaan banyaknya volume EVOO yang berdifusi menjadi matriks koaservasi pada tiap sampel.



Gambar 5. Hasil SEM Sampel dengan Variasi Volume EVOO dengan perbesaran 500x : (a) 0,5 mL (b) 0,8 mL (c) 1 mL

Pengujian SEM pada sampel mikroenkapsulasi dengan variasi komposisi polimer yaitu 0,1 g kappa-karagenan + 0,2 g glukomanan dan 0,2 g kappa-karagenan + 0,1 g glukomanan. Hasil SEM pada Gambar 6, menunjukkan penampakan yang tidak jauh berbeda yaitu pada kedua sampel dengan perbesaran 500x, hal ini dikarenakan efek pencampuran kedua polimer yang akan menghasilkan interaksi yang sinergis dengan tekstur mikrokapsul lebih elastis serta kekuatan mikrokapsul yang tinggi.

Dari kedua sampel mikrokapsul memperlihatkan bentuk agregat yang tidak beraturan dan bergerombol, Menurut Kaya et al. (2014) menyatakan peningkatan penambahan jumlah karragenan akan mengakibatkan peningkatan jumlah agregat yang terbentuk karena *double helix* yaitu berupa jala-jala yang sangat kuat sehingga mengakibatkan struktur mikrokapsul berubah menjadi kokoh [17]. Maka dari itu, morfologi sampel (b) menunjukkan permukaan yang lebih luas, berstruktur dan berbentuk agregat dibandingkan sampel (a). Hal ini diakibatkan oleh perbedaan komposisi polimer kappa-karagenan dan glukomanan yang digunakan.



Gambar 6. Hasil SEM Sampel dengan Variasi Komposisi Polimer dengan perbesaran 500x: (a) 0,1 g Kappa-karagenan + 0,2 g Glukomanan (b) 0,2 g Kappa-karagenan + 0,1 g Glukomanan

3.4 Efisiensi Enkapsulasi

Efisiensi enkapsulasi merupakan tingkat keberhasilan proses mikroenkapsulasi yang ditunjukkan dalam persentase senyawa aktif yang berhasil dilindungi di dalam kapsul. Semakin tinggi efisiensi enkapsulasi maka semakin baik kemampuan penyalut dalam melindungi bahan intinya [7].

Sampel hasil penyalutan dengan teknik koaservasi kemudian diekstraksi secara padat-cair menggunakan pelarut n-heksana selama 1,5 jam. Kemudian dari kelima sampel tersebut didapatkan volume minyak sebagai berikut.

Tabel 3. Efisiensi Enkapsulasi EVOO dengan Variasi Komposisi Volume

Berat minyak mula-mula (mL)	Berat mikrokapsul yang diekstrak (g)	Berat minyak hasil ekstraksi (g)	Minyak/gram	Efisiensi enkapsulasi (%)
0,5	1,171	0,116	0,264	74,996
0,8	1,312	0,159	0,376	64,631
1	1,449	0,148	0,382	53,431

Sampel dengan variasi EVOO 0,5 mL didapatkan efisiensi enkapsulasi tertinggi sebesar 74,996%. Hal tersebut sejalan dengan penelitian Pham (2015) yang menjelaskan bahwa penurunan rasio bahan inti dapat meningkatkan efisiensi enkapsulasi [18]. Frascareli (2012) juga menyatakan bahwa salah satu faktor yang mempengaruhi efisiensi mikroenkapsulasi adalah konsentrasi bahan inti. Efisiensi akan meningkat dengan semakin rendahnya konsentrasi bahan inti. Jadi dengan adanya konsentrasi bahan inti yang rendah menyebabkan viskositas yang dihasilkan tinggi dan semakin tingginya viskositas, retensi yang dihasilkan juga tinggi sehingga kemampuan untuk melindungi bahan inti lebih baik [19].

Pemilihan campuran polimer kappa-karagenan dan glukomanan dikarenakan polimer ini dapat menghasilkan mikrokapsul yang baik dan terdapat hubungan yang sinergis dalam proses sehingga akan menghasilkan mikrokapsul dengan tekstur yang lebih elastis, kekuatan mikrokapsul yang tinggi dan memperbaiki kapasitas pengikatan uap air. Efisiensi enkapsulasi yang dihasilkan pada variasi 0,2 g kappa-karagenan dan 0,1 g glukomanan sebesar 76,437%. Hal tersebut sejalan dengan penelitian Kaya et al. (2014) yang menyatakan bahwa glukomanan memiliki kemampuan menyerap air sangat besar yang mengakibatkan jumlah air bebas dalam

mikrokapsul meningkat karena syneresis rendah [17]. Kondisi tersebut menyebabkan mikrokapsul mengandung air yang cukup besar sehingga tekstur mikrokapsul lebih lunak, dengan tektur yang lunak maka kemampuan menahan beban lebih kecil sehingga kekuatan mikrokapsul yang dimiliki juga rendah, Sehingga rasio bahan penyalut polimer kappa-karagenan dan glukomanan 2:1 % b/b yang lebih baik.

Tabel 4. Efisiensi Enkapsulasi EVOO dengan Variasi Komposisi Polimer

Polimer (g)	Berat mikrokapsul yang diekstrak (g)	Minyak Hasil ekstraksi (g)	Minyak/gram	Efisiensi (%)
0,1 Kappa-karagenan + 0,2 Glukomanan	1,162	0,072	0,229	54,427
0,2 Kappa-karagenan + 0,1 Glukomanan	1,361	0,094	0,181	76,437

4. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil riset dapat disimpulkan bahwa penggunaan polimer alam kappa-karagenan dan glukomanan serta kitosan dapat menghasilkan mikroenkapsulasi EVOO dengan metode koaservasi. Formulasi rasio bahan inti EVOO memberikan pengaruh terhadap rendemen yang dihasilkan. Semakin besar rasio bahan inti EVOO maka semakin besar rendemen yang dihasilkan. Rendemen tertinggi terdapat pada formulasi bahan EVOO 1 mL yaitu sebesar 75,333%. Hasil uji FTIR menunjukkan bahwa proses mikroenkapsulasi dengan metode koaservasi berhasil mengenkapsulasi EVOO dengan polimer alam kappa-karagenan, glukomanan, dan kitosan. Hasil uji SEM menunjukkan mikrokapsul membentuk agregat dan bergerombol. Sedangkan, penambahan jumlah minyak EVOO dapat menurunkan efisiensi enkapsulasi. Efisiensi enkapsulasi tertinggi terjadi pada penambahan EVOO sebesar 0,5 mL yaitu sebesar 74,996 %. Pemilihan dan variasi komposisi polimer juga berpengaruh signifikan terhadap efisiensi yang dihasilkan. Komposisi polimer alam terbaik berdasarkan efiseinsi adalah variasi 0,2 g kappa-karagenan dan 0,1 g glukomanan yaitu sebesar 76,437%. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan volume bahan inti dan komposisi campuran polimer pada mikroenkapsulasi EVOO dengan penyalut polimer alam kappa-karagenan dan glukomanan menggunakan metode koaservasi dapat meningkatkan efisiensi mikroenkapsulasi dari penelitian yang sudah ada.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Kementerian Riset Teknologi dan Pendidikan Tinggi yang telah mendanai penelitian ini pada Program Kreativitas Mahasiswa tahun anggaran 2021. Terima kasih kepada Bidang Kemahasiswaan dan Laboratorium Teknik Kimia Universitas Sebelas Maret atas fasilitas pendukung karya ini.

PUSTAKA

- [1] A.P.J. Mustikyantoro, "Potensi Manfaat Kardioprotektif dari Minyak Zaitun," *J. Ilm. Kesehat. Sandi Husada*. 12 908–915 (2020). <https://doi.org/10.35816/jiskh.v12i2.431>.
- [2] Meilina, "Extra Virgin Olive Oil Menurunkan Kadar MDA (Malondialdehyde) pada Tikus (*Rattus Norvegicus*) Jantan Galur Wistar yang Dipapar Asap Rokok," *Fak. Kedokt. Univ. Udayana Denpasar*. 1–2 (2017).
- [3] S. Cicerale, L. Lucas, R. Keast, "Biological activities of phenolic compounds present in virgin olive oil," *Int. J. Mol. Sci.* 11 458–479 (2010). <https://doi.org/10.3390/ijms11020458>.
- [4] M. Gardjito, A. Murdiati, N. Aini, "Mikroenkapsulasi β -karoten buah labu kuning dengan enkapsulan whey dan karbohidrat," *J. Teknol. Pertan.* 2 13–18 (2006).
- [5] C. Dima, M. Cotârlet, P. Alexe, S. Dima, "Reprint of 'Microencapsulation of essential oil of pimento [*Pimenta dioica* (L) Merr.] by chitosan/k-carrageenan complex coacervation method,'" *Innov. Food Sci. Emerg. Technol.* 25 97–105 (2014). <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2014.07.008>.
- [6] Z. Xiao, W. Liu, G. Zhu, R. Zhou, Y. Niu, "Production and characterization of multinuclear microcapsules encapsulating lavender oil by complex coacervation," *Flavour Fragr. J.* 29 166–172 (2014). <https://doi.org/10.1002/ffj.3192>.
- [7] Supriyadi, A.S. Rujita, "Karakteristik Mikrokapsul Minyak Atsiri Lengkuas Dengan Maltodekstrin Sebagai Enkapsulan," *J. Teknol. Dan Ind. Pangan.* 24 201–208 (2013). <https://doi.org/10.6066/jtip.2013.24.2.201>.

- [8] H.C. Yew, M. Misran, “Preparation and characterization of pH dependent κ -carrageenan-chitosan nanoparticle as potential slow release delivery carrier,” *Iran. Polym. J. (English Ed.)* 25 1037–1046 (2016). <https://doi.org/10.1007/s13726-016-0489-6>.
- [9] W. Winiati, T. Wahyudi, I. Kurniawan, R. Yulina, “Proses Plastisasi Dengan Gliserol Setelah Proses the Improvement of Chitosan Fiber Mechanical Properties By Means of Glycerol Plasticizer Process,” (2012).
- [10] M. Dutta, C. Deka, D. Deka, D.K. Jha, K. Kakati, “Study of olive oil-loaded chitosan / carrageenan coacervate and its antibacterial property,” 6 1524–1533 (2016).
- [11] R.F. Hasrini, F.R. Zakaria, D.R. Adawiyah, I.H. Suparto, “Mikroenkapsulasi Minyak Sawit Mentah Dengan Penyalut Maltodekstrin Dan Isolat Protein Kedelai,” *J. Teknol. Dan Ind. Pangan.* 28 10–19 (2017). <https://doi.org/10.6066/jtip.2017.28.1.10>.
- [12] A.M. Bakry, S. Abbas, B. Ali, H. Majeed, M.Y. Abouelwafa, A. Mousa, L. Liang, “Microencapsulation of Oils: A Comprehensive Review of Benefits, Techniques, and Applications,” *Compr. Rev. Food Sci. Food Saf.* 15 143–182 (2016). <https://doi.org/10.1111/1541-4337.12179>.
- [13] C. Li, S. Hein, K. Wang, “Chitosan-Carrageenan Polyelectrolyte Complex for the Delivery of Protein Drugs,” *ISRN Biomater.* 2013 1–6 (2013). <https://doi.org/10.5402/2013/629807>.
- [14] A. Faridah, “Identifikasi Porang Glukomanan Hasil Optimasi Ekstraksi,” *J. Rekap Pangan.* 8 141–148 (2014).
- [15] A. Rohman, Y.B.C. Man, “The chemometrics approach applied to FTIR spectral data for the analysis of rice bran oil in extra virgin olive oil,” *Chemom. Intell. Lab. Syst.* 110 129–134 (2012). <https://doi.org/10.1016/j.chemolab.2011.10.010>.
- [16] S.Z. Khamidah, E. Hastarini, D. Fardiaz, S. Budijanto, “Mikroenkapsulasi Konsentrat Asam Lemak Tak Jenuh Dari Minyak Ikan Patin,” *J. Teknol. Dan Ind. Pangan.* 30 143–151 (2019). <https://doi.org/10.6066/jtip.2019.30.2.143>.
- [17] A.O.W. Kaya, A.; Suryani, J. Santoso, M.S. Rasuli, “Karakteristik Dan Struktur Mikro Gel Campuran (Characteristic and Microstructure of Mixed Gel of Semirefined,” *Kim. Dan Kemasan.* 37 19–28 (2014).
- [18] L.P. Ho, A.H. Pham, V.V.M. Le, “Effects of Core/Wall Ratio and Inlet Temperature on the Retention of Antioxidant Compounds during the Spray Drying of Sim (Rhodomyrtus tomentosa) Juice,” *J. Food Process. Preserv.* 39 2088–2095 (2015). <https://doi.org/10.1111/jfpp.12452>.
- [19] E.C. Frascareli, V.M. Silva, R. V. Tonon, M.D. Hubinger, “Effect of process conditions on the microencapsulation of coffee oil by spray drying,” *Food Bioprod. Process.* 90 413–424 (2012). <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2011.12.002>.