

## Mikroenkapsulasi Oleoresin Bawang Putih Menggunakan Ekstruder Ulir Ganda

[*Microencapsulation of Garlic Oleoresin Using Twin-Screw Extruder*]

Aditya Prayoga<sup>1)</sup>, Christofora Hanny Wijaya<sup>2)\*</sup>, dan Azis Boing Sitanggang<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup> Program Studi Teknologi Pangan, Sekolah Pascasarjana, IPB University, Bogor, Indonesia

<sup>2)</sup> Departemen Ilmu dan Teknologi Pangan, Fakultas Teknologi Pertanian, IPB University, Bogor, Indonesia

Diterima 5 Juli 2023 / Disetujui 8 November 2023

### ABSTRACT

Garlic (*Allium sativum*) oleoresin is susceptible to damage such as easily volatile and oxidized. It also has low solubility in water. Microencapsulation process is expected to overcome the disadvantages. The aim of this study was to obtain garlic oleoresin microcapsules through twin-screw extrusion process. The study was done by determining the suited carrier, i.e.  $\beta$ -cyclodextrin, dextrin, or maltodextrin, to be used in the microencapsulation of garlic oleoresin, and determining the optimum garlic oleoresin microencapsulation parameters based on response surface methodology (RSM) using the suited carrier.  $\beta$ -cyclodextrin was found to be the suitable carrier for the garlic oleoresin microencapsulation process using a twin-screw extruder. The usage of maltodextrin and dextrin was not possible due to the high viscosity of the mass observed which led to blockage. The modeling obtained through the RSM showed that the combination of the components (carrier, oleoresin, and water) was not ideal for optimum solubility and surface oil. However, the parameters and optimum formula obtained had good experiment repeatability. The optimum garlic powder obtained through the extrusion process showed low surface oil as much as 2.20% and solubility as much as 33.80%. The microencapsulated product exhibited better quality characteristics than commercial K brand spray-dried garlic powder. The extruded powder had nearly four-fold lower aroma intensity prior to dilution, and nearly three-fold higher aroma intensity when diluted in 60°C water.

**Keywords:**  $\beta$ -cyclodextrin, extrusion, garlic oleoresin, garlic powder, RSM

### ABSTRAK

Oleoresin bawang putih rentan terhadap kerusakan seperti mudah menguap dan teroksidasi. Selain itu kelarutannya rendah dalam air. Proses mikroenkapsulasi diharapkan dapat mengatasi permasalahan-permasalahan tersebut. Penelitian ini bertujuan menghasilkan mikrokapsul oleoresin bawang putih menggunakan ekstruder ulir ganda. Penelitian diawali dengan memilih jenis *carrier* yang cocok antara  $\beta$ -siklodekstrin, maltodekstrin, dan dekstrin, lalu dilanjutkan dengan optimasi proses mikroenkapsulasi oleoresin bawang putih berdasarkan *response surface methodology* (RSM) menggunakan *carrier* terpilih. Hasil menunjukkan bahwa  $\beta$ -siklodekstrin dapat digunakan sebagai *carrier* dalam proses mikroenkapsulasi dengan ekstruder ulir ganda. Penggunaan maltodekstrin dan dekstrin menyebabkan sumbatan pada alat akibat kekentalan yang terlalu tinggi. Pemodelan yang diperoleh melalui RSM menunjukkan bahwa kombinasi komponen yang digunakan (*carrier*, oleoresin, dan air) kurang ideal untuk mendapatkan kelarutan dan *surface oil* yang optimum. Parameter dan formula optimum yang diperoleh memiliki pengulangan yang baik. Serbuk bawang putih optimum yang diperoleh melalui proses ekstrusi memiliki nilai *surface oil* sebesar 2,20% dan kelarutan sebesar 33,80%. Serbuk yang dihasilkan juga memiliki karakteristik mutu yang lebih baik dari serbuk bawang putih komersial merek K hasil *spray drying*, terutama pada nilai intensitas aroma serbuk yang dihasilkan hampir 4 kali lipat lebih lemah sebelum dilarutkan, dan hampir 3 kali lipat lebih kuat saat dilarutkan dalam air bersuhu 60°C.

**Kata kunci:**  $\beta$ -siklodekstrin, ekstrusi, oleresin bawang putih, RSM, serbuk bawang putih

\*Penulis Korespondensi: E-mail: [channywijaya@apps.ipb.ac.id](mailto:channywijaya@apps.ipb.ac.id)

## PENDAHULUAN

Penggunaan oleoresin bawang putih lebih disukai oleh industri pangan karena memiliki mutu yang relatif seragam. Oleoresin bawang putih memiliki beberapa kelemahan seperti mudah menguap, memiliki kelarutan yang rendah dalam air, dan wujudnya yang cair memerlukan perlakuan khusus pada saat penyimpanan (Khoshtinat *et al.*, 2016). Mikroenkapsulasi dapat meningkatkan kelarutan oleoresin dalam air dan mencegah kerusakan selama penyimpanan.

Mikroenkapsulasi merupakan suatu proses penyalutan suatu partikel, cairan, atau gas dalam suatu matriks senyawa pembawa (*carrier*) (Sobel *et al.*, 2014). Mikroenkapsulasi mampu melindungi suatu senyawa yang tidak stabil dari faktor eksternal seperti suhu, cahaya, dan oksigen (Nedovic *et al.*, 2011). Selain itu, proses mikroenkapsulasi juga dapat memungkinkan terjadinya pelepasan bahan aktif dalam kondisi tertentu (*controlled release*) (Yuliani *et al.*, 2007).

Mikroenkapsulasi umumnya dilakukan menggunakan metode *spray drying*. Metode ini dipilih karena pengoperasiannya mudah, efisien, dan murah dari segi investasi peralatan. Kekurangan dari teknologi ini adalah penggunaan energi yang cukup tinggi karena memerlukan udara panas dalam pengoperasiannya dan membuang banyak udara panas ke lingkungan. Suhu pengoperasiannya yang tinggi di suhu 180°C juga dapat meningkatkan risiko kerusakan bahan aktif yang sensitif terhadap panas seperti oleoresin bawang putih (Gharsallaoui *et al.*, 2007). Mikroenkapsulasi bawang putih menggunakan metode *spray drying* telah banyak dilakukan, di antaranya oleh Wijaya *et al.* (2008), Vishnupriya *et al.* (2012), Balasubramani *et al.* (2013), Rodriguez-Jimenez *et al.* (2014), dan Balasubramani *et al.* (2015).

Sampai saat ini, penelitian mengenai mikroenkapsulasi oleoresin bawang putih menggunakan ekstruder ulir ganda belum banyak dipelajari. Secara umum, mikroenkapsulasi menggunakan ekstruder ulir ganda dilakukan terhadap obat-obatan, seperti yang dilakukan oleh Marreto *et al.* (2020) dan Manne *et al.* (2020). Mikroenkapsulasi dengan ekstrusi memiliki beberapa keunggulan, yaitu volume enkapsulasi yang lebih tinggi, penggunaan energi yang lebih rendah, dan tidak mengontaminasi udara sekitar dengan aroma yang timbul. Selain itu penggunaan ekstruder ulir ganda memungkinkan terjadinya pengadukan yang lebih baik dan distribusi panas yang lebih merata selama proses, dan mikroenkapsulasi dengan teknologi ekstrusi umumnya dapat dilakukan pada suhu yang relatif rendah bila dibandingkan dengan proses *spray drying* sehingga menurunkan risiko kerusakan bahan aktif akibat suhu tinggi (Castro *et al.*, 2020).

Mikrokapsul yang dihasilkan dari proses ekstrusi memiliki *carrier* yang berada dalam kondisi *glassy state* pada suhu ruang (Castro *et al.*, 2020). Hal ini membuat umur simpan dari mikrokapsul tersebut lebih panjang karena kondisi tersebut membuat *carrier* yang terbentuk memiliki permeabilitas rendah terhadap oksigen dan air (Castro *et al.*, 2016a). Benczedi dan Bouquerand (2003) menunjukkan bahwa flavor lemon yang dimikroenkapsulasi menggunakan ekstruder memiliki umur simpan 2 kali lipat dari mikrokapsul *flavor* lemon yang dihasilkan dengan teknologi *spray drying* yang hanya berumur simpan 2 tahun. Keunggulan-keunggulan tersebut dapat digunakan untuk menghasilkan mikrokapsul oleoresin bawang putih yang lebih baik.

Berdasarkan penjelasan-penjelasan tersebut, mikroenkapsulasi menggunakan ekstruder ulir ganda memiliki beberapa keunggulan bila dibandingkan dengan *spray drying* sehingga dapat dipertimbangkan menjadi salah satu metode mikroenkapsulasi. Meski demikian, proses ini belum banyak dipelajari, khususnya untuk mikroenkapsulasi oleoresin bawang putih menggunakan ekstruder ulir ganda. Penelitian ini bertujuan menghasilkan mikrokapsul oleoresin bawang putih menggunakan ekstruder ulir ganda dengan memilih jenis *carrier* yang cocok digunakan antara  $\beta$ -siklodekstrin, maltodekstrin, dan dekstrin, serta melakukan optimasi proses mikroenkapsulasi oleoresin bawang putih menggunakan *response surface methodology* (RSM).

## BAHAN DAN METODE

### Bahan

Bahan utama yang digunakan adalah oleoresin bawang putih (RL SAS, Perancis),  $\beta$ -siklodekstrin (W, Amerika Serikat), maltodekstrin DE 10, dekstrin, dan serbuk bawang putih komersial merek K.

### Pemilihan jenis *carrier*

Penentuan jenis *carrier* dilakukan berdasarkan Castro *et al.* (2016b) dengan modifikasi. Metode tersebut mengumpankan bahan-bahan *carrier* pada *barrel* 1, air pada *barrel* 2, dan oleoresin pada *barrel* 5. Bahan-bahan pada penelitian ini diumpankan ke dalam ekstruder ulir ganda (C, Jerman) menggunakan pengumpan (*feeder*) pada *barrel* 1 untuk *carrier*, 2 untuk air, dan 6 untuk oleoresin. Laju umpan untuk oleoresin diatur pada 1 kg/jam, air pada 5 kg/jam, dan *carrier* pada 13 kg/jam. Laju umpan dibuat sedemikian rupa karena laju minimum untuk bahan cairan adalah sebesar 1 kg/jam. Ekstruder dioperasikan dengan kecepatan *screw* 250 rpm dengan *die plate* berukuran 2x4 mm. Pengaturan *screw* dilakukan dengan 10 bagian, bagian pertama dan terakhir dibuat dengan fungsi *conveying* untuk mencegah terjadinya aliran balik (*backflow*) bahan ke awal

rangkaian. Suhu *barrel* diatur meningkat ke arah *die plate* (*barrel* 1: tidak berpemanas; 2–4: 80°C; 5–6: 90°C; 7–10: 100°C) dengan tujuan tidak terjadi pengerasan pada saat awal bahan dimasukkan ke dalam ekstruder. Ketika seluruh *barrel* sudah terisi oleh bahan, maka suhu seluruh *barrel* akan diturunkan ke 40°C agar terbentuk massa bahan yang padat. Jenis *carrier* yang digunakan adalah maltodextrin, dextrin, dan  $\beta$ -siklodekstrin.

**Optimasi proses mikroenkapsulasi oleoresin bawang putih**

Optimasi parameter proses mikroenkapsulasi oleoresin bawang putih dilakukan berdasarkan *response surface methodology* (RSM) menggunakan perangkat lunak DX13 dengan rancangan *optimal mixture*. Terdapat tiga komponen yang dioptimasi yaitu laju *carrier*, laju air, dan laju oleoresin dengan respon yang diamati adalah kelarutan dan *surface oil*. Rancangan percobaan yang digunakan dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Rancangan percobaan optimasi proses mikroenkapsulasi oleoresin bawang putih  
 Table 1. Garlic oleoresin optimization process trial design

Run	Komponen (Components) (%)		
	$\beta$ -siklodekstrin ( $\beta$ -cyclodextrin)	Oleoresin	Air (Water)
1	71.54	8.45	20.00
2	73.88	5.00	21.12
3	63.38	5.00	29.62
4	64.21	8.24	27.55
5	67.62	7.10	25.28
6	67.62	7.10	25.28
7	67.62	7.10	25.28
8	73.88	5.00	21.12
9	65.67	10.00	24.33
10	60.96	9.04	30.00
11	71.55	8.45	20.00
12	60.96	9.04	30.00
13	69.91	5.00	25.09
14	67.57	5.00	27.43
15	68.27	10.00	21.73
16	69.77	7.36	22.87

Jumlah total laju umpan bahan pada tahap ini adalah sebesar 20 kg/jam dengan pengumpanan *carrier* melalui pengumpan pada *barrel* 1, oleoresin pada *barrel* 2, dan air pada *barrel* 3. Ekstruder diope-rasikan selama 15 menit dengan kecepatan *screw* 250 rpm tanpa penggunaan *die plate*. Suhu *barrel* diatur menurun, yakni *barrel* 1: tidak berpemanas; 2: tidak dipanaskan; 3–5: 100°C; 6: 90°C; 7: 80°C; 8: 70°C; 9: 60°C; dan 10: 50°C. Massa yang keluar dari ekstruder kemudian dikeringkan menggunakan *fluidized bed dryer* (F, Jerman) dengan suhu 80°C selama 1,5 jam untuk kemudian dihaluskan menggunakan *blender cutter* (Robocoupe, Amerika Serikat).

**Analisis surface oil**

Analisis *surface oil* dilakukan berdasarkan Jayanudin *et al.* (2015) dengan cara mencuci 3 g serbuk bawang putih dengan 10 mL heksana selama 2 menit, lalu disaring menggunakan kertas saring Whatman No. 1 (Cytiva Corporation, Amerika Serikat). Nilai *surface oil* dihitung sebagai persentase berat serbuk sebelum dan setelah dicuci.

**Analisis kelarutan**

Analisis kelarutan dilakukan berdasarkan Setyawan *et al.* (2015) dengan modifikasi. Kelarutan ditentukan dengan melihat jumlah serbuk yang larut selama pengadukan dalam rentang waktu tertentu. Jumlah serbuk yang larut dalam penelitian ini ditentukan melalui selisih serbuk yang dilarutkan dengan residu serbuk yang tidak larut pada kertas saring. Analisis dilakukan dengan melarutkan 1 g serbuk bawang putih ke dalam 100 mL air bersuhu 25°C yang diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 1 menit. Larutan kemudian disaring menggunakan kertas saring Whatman No. 1 (Cytiva Corporation, Amerika Serikat). Nilai kelarutan dihitung sebagai persentase selisih berat serbuk yang larut dengan berat serbuk awal.

**Analisis sensori**

Analisis sensori dilakukan metode rating intensitas, yaitu dengan cara memberikan skor intensitas terhadap aroma serbuk bawang putih yang belum dilarutkan dan larutan 0,01% bersuhu 60°C oleh 40 orang panelis terlatih yang telah menandatangani form kesediaan mengikuti uji sensori. Perbandingan intensitas dilakukan dengan pemberian rating 1 sampai 5 oleh panelis. Rating 1 memiliki intensitas sangat lemah dan rating 5 memiliki intensitas sangat kuat. Serbuk bawang putih hasil ekstrusi juga dibandingkan dengan serbuk bawang putih komersial merek K hasil *spray dry*.

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

**Pemilihan jenis carrier**

Parameter yang diamati pada tahap ini adalah keberhasilan *carrier* dalam mengenkapsulasi oleoresin yang ditunjukkan dengan ada atau tidaknya aroma bawang putih pada massa keluaran ekstruder, dan kondisi *carrier* ketika mengalami proses ekstrusi yang ditunjukkan dengan konsistensi dari massa yang keluar. Hasil yang diharapkan adalah *carrier* yang digunakan mampu menghasilkan massa yang tidak berbau dan berbentuk padat.

Profil suhu yang digunakan memiliki suhu awal yang cukup tinggi untuk memastikan bahwa *carrier* yang semula berupa padatan berupa serbuk akan berubah menjadi *molten mass* atau lelehan ketika masuk ke dalam *barrel* ekstruder. Suhu diturunkan

secara perlahan ke suhu yang lebih rendah yaitu 40°C di semua *barrel* ketika bahan sudah dapat keluar melalui ujung *barrel* ekstruder agar terbentuk suatu massa yang lebih padat. Praktik penurunan suhu ini merupakan hal yang lazim dalam pengoperasian ekstruder untuk mencegah terjadinya kerusakan pada ekstruder akibat macet pada *screw* yang disebabkan oleh terlalu padatnya massa yang mengalir di dalam ekstruder.

Suatu bahan dapat menjadi lelehan massa apabila telah melewati suhu *glass transition* (Zhou *et al.*, 2015). Suhu *glass transition* adalah suhu yang ketika bahan didinginkan, bahan tersebut akan membentuk massa yang amorf kristalin dan ketika dipanaskan akan membentuk massa yang lembek (Zhang dan Cresswell, 2016). Fase *glass transition* dapat dicapai oleh maltodekstrin (DE: 10) pada 35°C apabila memiliki kadar air 12,7% (Nurhadi *et al.*, 2016), sementara  $\beta$ -siklodekstrin pada suhu yang sama harus memiliki kadar air 10,0% (Zhou *et al.*, 2015). Berdasarkan kondisi suhu *barrel* yang digunakan serta kadar air minimum yang dibutuhkan oleh *carrier* yang digunakan untuk mencapai fase *glass transition*, dapat diperkirakan bahwa seluruh *carrier* yang digunakan sudah mencapai fase tersebut pada percobaan ini.

Maltodekstrin (Gambar 1) dan dekstrin tidak dapat digunakan untuk proses mikroenkapsulasi dengan ekstruder karena selama ekstrusi dilakukan, tidak dihasilkan massa yang dapat memadat di ujung *barrel*. Massa yang dihasilkan cair dan lengket serta diselubungi oleh oleoresin bawang putih. Pada saat suhu seluruh *barrel* mencapai 40°C, terjadi *emergency shutdown* yang diikuti dengan lepasnya *coupling* motor ekstruder. Hal ini disebabkan oleh massa dalam ekstruder yang terlalu kental dan lengket yang sulit mengalir sehingga torsi yang diperlukan untuk mengalirkan bahan melebihi batas maksimum dari yang dapat disalurkan oleh *coupling*.

Tingginya kekentalan massa maltodekstrin dan dekstrin di dalam ekstruder dapat disebabkan oleh rendahnya nilai ekuivalen dekstroza (DE) dan tidak digunakannya pengemulsi. Kekentalan maltodekstrin akan meningkat seiring dengan penurunan nilai DE (Avaltroni *et al.*, 2004). Hal ini disebabkan oleh tingginya berat molekul pada maltodekstrin dengan nilai DE yang rendah (Castro *et al.*, 2016b). Hal serupa teramati pada penelitian Sun *et al.* (2010) yang mengamati kekentalan dekstrin pada berbagai nilai DE. Pengamatan pada dekstrin dengan nilai DE 9, 15, 22, dan 26 menunjukkan nilai DE yang semakin rendah akan menyebabkan terjadinya peningkatan viskositas.

Maltodekstrin memiliki daya emulsi yang kurang baik sehingga pengemulsi umumnya digunakan bersama dengan maltodekstrin ketika proses ekstrusi untuk membantu mengikat bahan aktif dan membantu mengalirkan lelehan maltodekstrin dengan menu-

runkan viskositas melalui penurunan tegangan permukaan (Castro *et al.*, 2016a). Hal ini juga kemungkinan yang menyebabkan oleoresin tidak berikatan dengan maltodekstrin.



Gambar 1. Massa maltodekstrin yang keluar dari ekstruder

Figure 1. Extruded maltodextrin mass

$\beta$ -Siklodekstrin (Gambar 2) dapat digunakan untuk proses mikroenkapsulasi dengan ekstruder karena mampu menghasilkan massa padat dan memiliki aroma bawang putih yang sangat lemah pada saat suhu seluruh *barrel* mencapai 40°C. Lemahnya aroma bawang putih menjadi indikasi bahwa terjadi mikroenkapsulasi oleoresin oleh  $\beta$ -siklodekstrin. Keberhasilan proses mikroenkapsulasi oleoresin bawang putih oleh  $\beta$ -siklodekstrin disebabkan struktur senyawa tersebut yang berbentuk *toroidal* dengan rongga hidrofobik pada bagian dalam (Thiry *et al.*, 2016). Hal tersebut menyebabkan oleoresin bawang putih yang bersifat hidrofobik dapat berikatan dengan  $\beta$ -siklodekstrin sehingga menurunkan reaktivitasnya dan meningkatkan kelarutannya dalam air (Yu *et al.*, 2018).

Proses ekstrusi menggunakan *carrier*  $\beta$ -siklodekstrin dapat dilakukan diduga disebabkan oleh viskositas  $\beta$ -siklodekstrin yang tidak setinggi maltodekstrin. Maltodekstrin (DE: 12) yang dilarutkan pada 12% air bersuhu 80°C memiliki viskositas sebesar  $3,38 \times 10^7$  mPa-s (Castro *et al.*, 2016b). Penelitian Marreto *et al.* (2020) dan Manne *et al.* (2020) yang mengenkapsulasi senyawa obat-obatan karvedilol dan karbamazepin juga menunjukkan keberhasilan *carrier* jenis ini dalam proses mikroenkapsulasi.

#### Optimasi proses mikroenkapsulasi oleoresin bawang putih

Parameter suhu pada tahap ini diatur menurun dari 100 sampai ke 50°C di ujung *barrel* bertujuan meminimalisir gesekan antara *screw* dengan *carrier*

yang masih berupa padatan serbuk. Hal ini teramati pada saat pengoperasian ekstruder dengan suhu 40°C di tahap penentuan *carrier* yang ditandai dengan adanya bunyi kasar pada bagian awal *barrel* dan lecet pada *screw*. Penggunaan suhu di atas suhu *glass transition* membuat  $\beta$ -siklodekstrin membentuk lelehan yang dapat dialirkan.



Gambar 2. Massa  $\beta$ -siklodekstrin yang keluar dari ekstruder  
 Figure 2. Extruded  $\beta$ -cyclodextrin mass

Peniadaan *die plate* pada tahap ini bertujuan mencegah terjadinya *emergency shutdown* ekstruder akibat pematatan cepat massa ketika mencapai ujung rangkaian *barrel*. Selain itu peniadaan *die plate* dapat mencegah terjadinya *flash-off* yang menyebabkan flavor atau oleoresin dapat menguap dari massa. *Flash-off* adalah kondisi cairan yang berada dalam massa menguap secara tiba-tiba sebagai akibat dari penurunan tekanan drastis pada saat massa keluar dari *die plate*. Praktik ini telah dilakukan oleh Tackenberg *et al.* (2015) ketika mengenkapsulasi terpena jeruk dan oleh Castro *et al.* (2020) ketika mengenkapsulasi minyak *medium chain triglyceride* (MCT).

Respon yang diperoleh pada tahap ini dapat dilihat pada Tabel 2. Hasil pengolahan respon yang diperoleh menghasilkan kurva tiga dimensi (Gambar 3) yang digunakan untuk melihat pengaruh komponen terhadap nilai kelarutan. Kelarutan yang diperoleh berada pada rentang 16,9 sampai 59,4%. Nilai rentang yang diperoleh lebih baik dari kelarutan  $\beta$ -siklodekstrin murni pada suhu 25°C, yaitu 1,85% (Marques, 2010). Kurva respon kelarutan menunjukkan bahwa kelarutan serbuk bawang putih akan meningkat seiring dengan peningkatan jumlah *carrier* (A) dan air (C), sementara peningkatan jumlah oleoresin (B) akan menurunkan kelarutan.

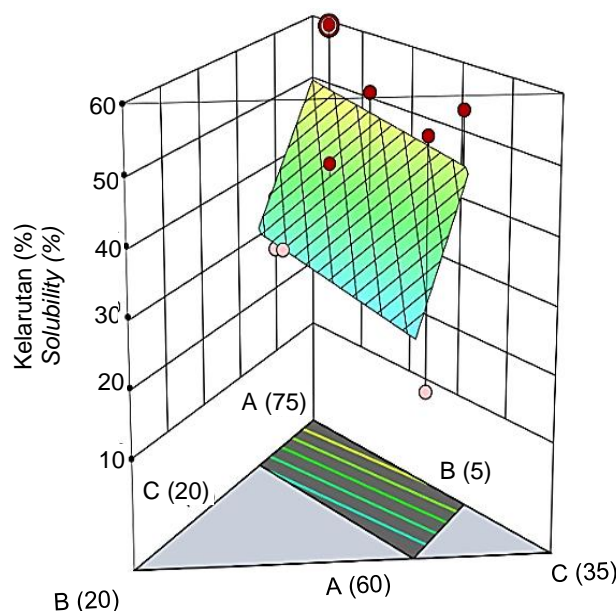
Hasil uji ANOVA dari respon kelarutan menunjukkan bahwa faktor-faktor yang digunakan dalam

penelitian ini kurang cocok untuk memprediksi nilai kelarutan mikrokapsul yang dihasilkan. Hal ini dapat dilihat dari model linier yang dihasilkan tidak signifikan serta memiliki nilai  $R^2$  dan *adequate precision* yang rendah, yaitu 0,278 dan 3,828. Selisih *adjusted R<sup>2</sup>* dan *predicted R<sup>2</sup>* juga memiliki nilai lebih dari 0,2 yaitu 0,369.

Tabel 2. Respon kelarutan dan *surface oil* dari percobaan optimasi

Table 2. Solubility and surface oil response of optimization trial

Run	Respon (Response) (%)	
	Kelarutan (Solubility)	Surface oil
1	34.60	2.46
2	59.30	3.37
3	53.20	5.24
4	24.30	2.96
5	36.00	2.99
6	54.10	2.97
7	35.80	2.96
8	59.40	2.43
9	30.10	2.40
10	16.90	2.88
11	26.50	2.40
12	53.70	3.98
13	38.70	1.92
14	25.30	3.86
15	30.00	2.90
16	41.50	3.92

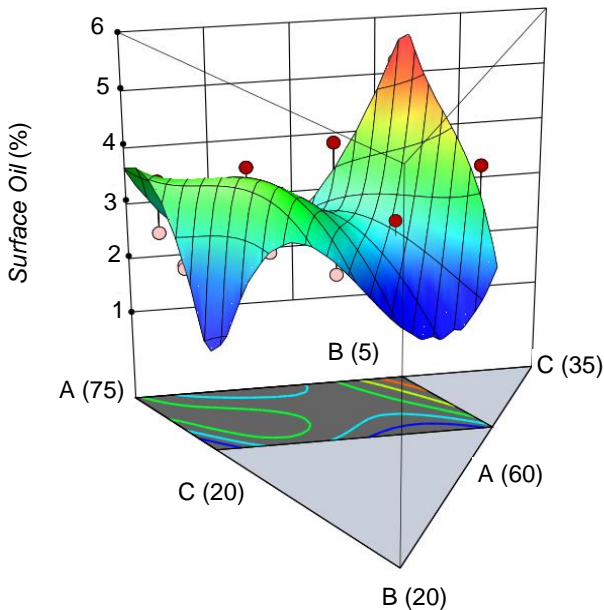


Gambar 3. Kurva respon kelarutan (A= %  $\beta$ -siklodekstrin; B= % oleoresin; C= % air)

Figure 3. Solubility response curve (A= %  $\beta$ -cyclodextrin; B= % oleoresin; C= % water)

Berdasarkan kurva respon *surface oil* (Gambar 4), nilainya secara signifikan dipengaruhi oleh perbandingan jumlah *carrier* dan air, sementara penga-

ruh oleoresin tidak signifikan. Hal ini ditunjukkan pada percobaan dengan jumlah oleresin sebanyak 5%, yang berkisar dari 1,92–5,24%. Hal ini kemungkinan dapat terjadi karena pada saat jumlah *carrier* meningkat, tidak terdapat jumlah air yang cukup untuk melarutkan *carrier*. Kadar air yang tinggi juga dapat menyebabkan retensi oleoresin menurun, yang menyebabkan meningkatnya nilai *surface oil* (Castro *et al.*, 2016a).



Gambar 4. Kurva respon *surface oil* (A= %  $\beta$ -siklodekstrin; B= % oleoresin; C= % air)  
 Figure 4. *Surface oil response curve* (A= %  $\beta$ -cyclodextrin; B= % oleoresin; C= % water)

Hasil uji ANOVA dari respon *surface oil* dengan model *special quartic* menunjukkan bahwa faktor-faktor yang digunakan dalam penelitian ini berpengaruh terhadap nilai *surface oil* dari mikrokapsul. Hal ini ditunjukkan oleh nilai  $R^2$  sebesar 0,833 dengan model respon yang signifikan dan memiliki *lack of fit* yang tidak signifikan serta memiliki *adequate precision* yang tinggi, yaitu 8,773. Meski demikian, selisih *adjusted R<sup>2</sup>* dan *predicted R<sup>2</sup>* memiliki nilai yang cukup tinggi dari 0,2, yaitu 1,355.

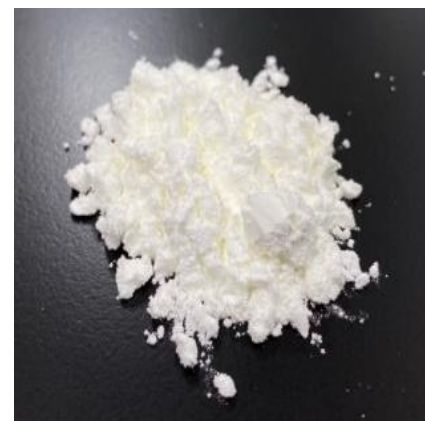
Optimasi proses mikroenkapsulasi berdasarkan RSM menghasilkan suatu formula optimum (Tabel 3), yaitu *carrier*  $\beta$ -siklodekstrin sebesar 67,50%, air sebesar 25,00%, dan oleoresin bawang putih sebesar 7,50%. Proses ekstrusi menggunakan formula ini menghasilkan suatu massa berwarna putih yang agak lembab dengan aroma bawang putih yang sangat lemah (Gambar 5A). Aroma yang lemah menunjukkan adanya retensi atau pengikatan senyawa volatil oleoresin (Castro *et al.*, 2016a). Massa yang dihasilkan kemudian dikeringkan dan digiling untuk diperoleh serbuk bawang putih (Gambar 5B).

Tabel 3. Formula optimum serbuk bawang putih  
 Table 3. *Optimum formula of garlic powder*

Bahan (Materials)	Jumlah (Amount)	
	%	Kg/jam (kg/h)
Carrier $\beta$ -siklodekstrin ( $\beta$ -Cyclodextrin carrier)	67.50	13.50
Air (Water)	25.00	5.00
Oleoresin	7.50	1.50
Total	100.00	20.00



A



B

Gambar 5. Massa hasil ekstrusi formula optimum (A) dan serbuk bawang putih optimum (B)  
 Figure 5. *Extruded mass of optimum formula (A) and optimum garlic powder (B)*

Hasil verifikasi (Tabel 4) menunjukkan bahwa nilai *surface oil* berada di bawah rentang prediksi RSM, yaitu sebesar 2,20%, dan nilai kelarutan yang diperoleh berada dalam rentang prediksi RSM, yaitu sebesar 33,80%. Nilai *surface oil* yang diperoleh lebih rendah dari serbuk bawang putih yang dienkapsulasi menggunakan *spray dryer* oleh Balasubramani *et al.* (2015), yaitu sebesar 2,59%. Meski nilai *surface oil* berada di luar rentang prediksi (2,22 sampai 4,23%), hal ini merupakan suatu hal yang tidak buruk karena mikrokapsul yang dikehendaki adalah mikrokapsul yang memiliki nilai *surface oil* rendah. Nilai yang

rendah menunjukkan bahwa semakin sedikit oleoresin yang tidak dienkapsulasi. Keberadaan *surface oil* sendiri kurang dikehendaki karena pelepasannya tidak dapat dikendalikan serta mempercepat kerusakan oksidatif (Castro *et al.*, 2016a).

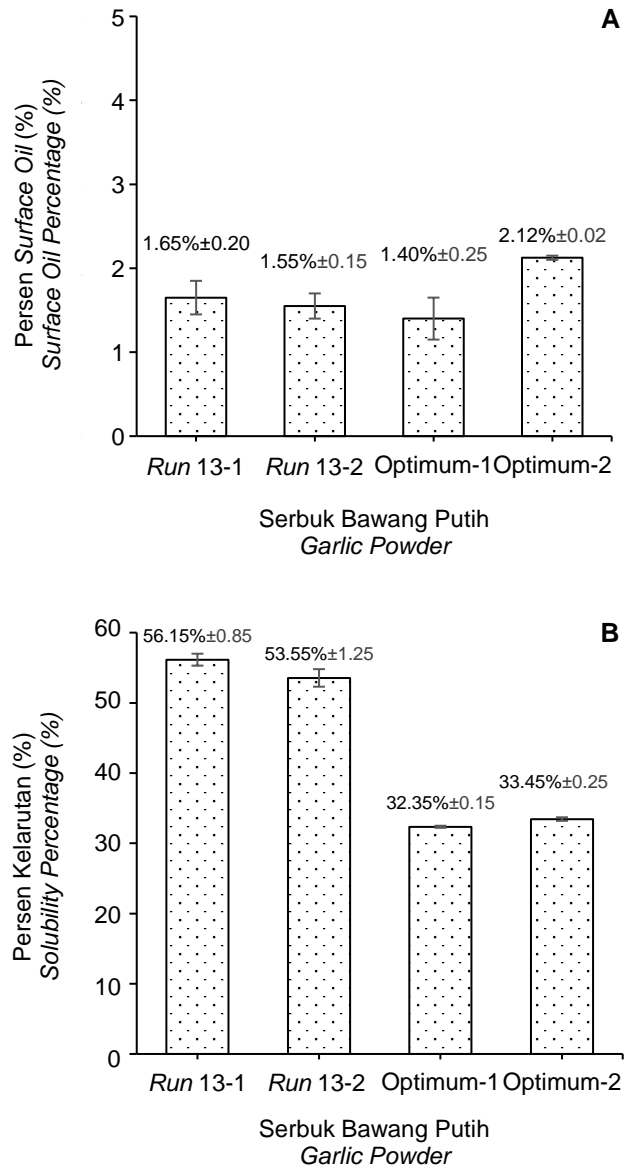
Tabel 4. Rentang prediksi respon beserta hasil verifikasi yang diperoleh  
 Table 4. Response prediction range and the verification results

Parameter (Parameters)	Batas Bawah (Lower Limit) (%)	Hasil Verifikasi (Verification Results) (%)	Batas Atas (Upper Limit) (%)
Surface oil	2.22	2.20	4.23
Kelarutan (Solubility)	17.92	33.80	57.83

Selain proses verifikasi terhadap formula optimum, dilakukan juga uji pengulangan (*repeatability*) terhadap formula optimum dan titik percobaan yang terdapat nilai *surface oil* terendah, yaitu run ke-13. Hal ini dilakukan mengingat model yang dihasilkan RSM kurang ideal. Hasil uji pengulangan (Gambar 6) menunjukkan bahwa percobaan yang dilakukan memiliki keterulangan yang baik. Menurut *t-test* pada taraf nyata 5%, hasil antar ulangan tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan ( $p < 0,05$ ). Hal ini menunjukkan bahwa metode dan parameter yang digunakan untuk menghasilkan serbuk bawang putih menggunakan ekstruder memiliki pengulangan yang baik. Berdasarkan hal tersebut, formula optimum dapat digunakan untuk menghasilkan serbuk bawang putih melalui proses ekstrusi.

**Karakteristik sensori**

Serbuk bawang putih hasil ekstrusi memiliki karakteristik sensori (Tabel 5) yang lebih baik dibandingkan dengan serbuk bawang putih komersial merek K. Serbuk bawang putih hasil ekstrusi memiliki aroma hampir empat kali lipat lebih lemah dibandingkan dengan serbuk komersial sebelum dilarutkan, namun memiliki aroma hampir tiga kali lipat lebih kuat ketika dilarutkan. Rendahnya intensitas aroma serbuk bawang putih hasil ekstrusi sebelum dilarutkan menunjukkan bahwa proses enkapsulasi yang dilakukan menggunakan ekstruder lebih baik daripada proses enkapsulasi menggunakan *spray dryer*. Proses enkapsulasi menyebabkan retensi oleoresin yang menurunkan volatilitasnya sehingga terjadi penurunan aroma dan reaktivitas. Tingginya aroma serbuk bawang putih hasil ekstrusi ketika dilarutkan menunjukkan bahwa proses ekstrusi memungkinkan terjadinya enkapsulasi oleoresin lebih tinggi dan menunjukkan adanya pelepasan terkendali (*controlled release*) dari mikrokapsul yang dihasilkan. Pelepasan dalam kasus ini terjadi ketika serbuk dilarutkan dalam air panas.



Gambar 6. Hasil uji pengulangan respon *surface oil* (A) dan kelarutan (B)

Figure 6. Surface oil (A) and solubility repeatability result (B)

Tabel 5. Nilai intensitas aroma serbuk bawang putih hasil ekstrusi dan komersial

Table 5. Aroma intensity score of extruded and commercial garlic powder

Serbuk Bawang Putih (Garlic Powder)	Nilai Intensitas Aroma (Aroma Intensity Score)	
	Sebelum Dilarutkan (Prior to Dilution)	Setelah Dilarutkan (After Dilution)
Ekstrusi (Extruded)	1.73 <sup>a</sup>	3.73 <sup>b</sup>
Komersial (Commercial)	4.78 <sup>b</sup>	1.34 <sup>a</sup>

## KESIMPULAN

Proses mikroenkapsulasi oleoresin bawang putih dapat dilakukan menggunakan ekstruder ulir ganda dengan *carrier*  $\beta$ -siklodekstrin. Pemodelan respon kelarutan, komponen laju umpan *carrier*, oleoresin, dan air kurang ideal untuk menghasilkan parameter optimum kelarutan. Sementara untuk model *surface oil* dapat digunakan untuk menghasilkan parameter *surface oil* yang rendah. Formula optimum ( $\beta$ -siklodekstrin: 67,50%, air 25,00%, dan oleoresin 7,50%) yang terpilih menunjukkan respon kelarutan berada dalam rentang prediksi yaitu sebesar 33,80% dan nilai *surface oil* lebih rendah dalam rentang prediksi, yaitu 2,20%. Parameter yang digunakan dan formula optimum yang dihasilkan memiliki pengulangan (*repeatability*) yang baik. Karakteristik serbuk bawang putih hasil ekstrusi lebih baik daripada serbuk bawang putih komersial hasil *spray dry* merek K, terutama dilihat dari intensitas aroma sebelum dilarutkan yang lebih lemah hampir empat kali lipat, dan menghasilkan aroma hampir tiga kali lipat lebih kuat saat dilarutkan.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada PT Indofood Sukses Makmur yang telah mendukung dan membiayai penelitian ini melalui skema Indofood Riset Nugraha.

## DAFTAR PUSTAKA

- Avaltroni F, Bouquerand PE, Normand V. 2004. Maltodextrin molecular weight distribution influence on the glass transition temperature and viscosity in aqueous solutions. *Carbohydr Polym* 58: 323-334. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2004.08.001>
- Balasubramani P, Viswanathan R, Vairamani M. 2013. Response surface optimisation of process variables for microencapsulation of garlic (*Allium sativum* L.) oleoresin by spray drying. *Biosyst Eng* 114: 205-213. <https://doi.org/10.1016/j.biosystemseng.2012.12.008>
- Balasubramani P, Valaniswamy PT, Viswanathan R, Thirupathi V, Subbarayan A, Maran JP. 2015. Microencapsulation of garlic oleoresin using maltodextrin as wall material by spray drying technology. *Int J Biol Macromol* 72: 210-217. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2014.08.011>
- Benczedi D, Bouquerand P, Firmenich SA, penemu. 2003 Agustus 19. Process for the preparation of granules for the controlled release of volatile compounds. Paten Amerika Serikat US 6.607.771 B2.
- Castro N, Durrieu V, Raynaud C, Rouilly A, Rigal L, Quillet C. 2016a. Melt extrusion encapsulation of flavors: A review. *Polym Rev* 56: 137-186. <https://doi.org/10.1080/15583724.2015.1091776>
- Castro N, Vanessa D, Raynaud C, Rouilly A. 2016b. Influence of DE-value on the physicochemical properties of maltodextrin for melt extrusion processes. *Carbohydr Polym* 144: 464-473. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.03.004>
- Castro N, Durrieu V, Raynaud C, Rouilly A. 2020. Twin-screw extrusion encapsulation of MCT-oil in a maltodextrin matrix using compatibilizing biopolymers. *Colloids Surf B Biointerfaces* 195: 111267. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfb.2020.111267>
- Gharsallaoui A, Roudaut G, Chambin O, Voilley A, Saurel R. 2007. Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. *Food Res Int* 40: 1107-1121. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2007.07.004>
- Khoshtinat K, Barzegar M, Sahari MA, Hamidi Z. 2016. Comparison of antioxidant and antibacterial activities of free and encapsulated garlic oil with beta-cyclodextrin. *Appl Food Biotechnol* 3: 254-268. <https://doi.org/10.22037/afb.v3i4.12631>
- Jayanudin, Rochmadi, Wiratni, Yulvianti M, Barleany DR, Ernayati W. 2015. Encapsulation red ginger oleoresin (*Zingiber officinale* var. *Rubrum*) with chitosan-alginate as wall material using spray drying. *Res J Appl Sci Eng Technol* 10: 1370-1378. <https://doi.org/10.19026/rjaset.10.1836>
- Manne ASN, Hegde AR, Raut SY, Rao RR, Kulkarni VI, Mutalik S. 2020. Hot liquid extrusion assisted drug-cyclodextrin complexation: A novel continuous manufacturing method for solubility and bioavailability enhancement of drugs. *Drug Deliv Transl Res* 11: 1273-1287. <https://doi.org/10.1007/s13346-020-00854-w>
- Marques HMC. 2010. A review on cyclodextrin encapsulation of essential oils and volatiles. *Flavour Fragr J* 25: 313-326. <https://doi.org/10.1002/ffj.2019>
- Marreto RN, Cardoso G, do Santos Souza B, Martin-Pastor M, Cunha-Filho M, Taveira SF, Concheiro A, Alvares-Lorenzo C. 2020. Hot melt-extrusion improves the properties of cyclodextrin-based poly(pseudo)rotaxanes for transdermal formulation. *Int J Pharm* 586. <https://doi.org/10.1016/j.ijpharm.2020.119510>



- Nedovic V, Kalusevic A, Manojlovic V, Levic S, Bugarski B. 2011. An overview of encapsulation technologies for food applications. *Procedia Food Sci* 1: 1806-1815. <https://doi.org/10.1016/j.profoo.2011.09.265>
- Nurhadi B, Roos YH, Maidannyk V. 2016. Physical properties of maltodextrin DE 10: Water sorption, water plasticization and enthalpy relaxation. *J Food Eng* 174: 68-74. <https://doi.org/10.1016/j.foodeng.2015.11.018>
- Rodríguez-Jimenes GC, Páramo-Calderón DE, Wall-Martínez HA, Robles-Olvera VJ, Valerio-Alfaro G, García-Alvarado MA. 2013. Effect of process variables on spray-dried garlic juice quality evaluated by multivariate statistic. *Food Bioproc Technol* 7: 2434-2442. <https://doi.org/10.1007/s11947-014-1311-0>
- Setyawan D, Wardhana NK, Sari R. 2015. Solubility, dissolution test and antimalarial activity of artesunate nicotinamide co-crystal prepared by solvent evaporation and slurry methods. *Asian J Pharm Clin Res* 8: 164-166.
- Sobel R, Versic R, Gaonkar AG. 2014. Introduction to Microencapsulation and Controlled Delivery in Foods. Di dalam: Gaonkar A, Vasisht N, Khare A, Sobel R, editor. *Microencapsulation in the Food Industry*. 3-11. San Diego (US): Academic Press. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-404568-2.00001-7>
- Sun J, Zhao R, Zeng J, Li G, Li X. 2010. Characterization of dextrins with different dextrose equivalents. *Molecules* 15: 5162-5173. <https://doi.org/10.3390/molecules15085162>
- Tackenberg MW, Krauss R, Schuchmann HP, Kleinebudde P. 2015. Encapsulation of orange terpenes investigating a plasticisation extrusion process. *J Microencapsulation* 32: 1-10. <https://doi.org/10.3109/02652048.2015.1035686>
- Thiry J, Krier F, Ratwatte, Thomassin J-M, Jerome, Evrard B. 2017. Hot-melt extrusion as a continuous manufacturing process to form ternary cyclodextrin inclusion complexes. *Eur J Pharm Sci* 96: 590-597. <https://doi.org/10.1016/j.ejps.2016.09.032>
- Vishnupriya R, Priya B, Sundaram U. 2012. Studies on antibacterial effect of spray dried microencapsulated garlic (*Allium sativum* L.) oleoresin powder. *Int J Medicobiol Res* 1: 342-344.
- Wijaya CH, Herman E, Wardoyo R, penemu; Institut Pertanian Bogor. 2008 April 02. Formulasi bumbu bubuk bawang putih siap pakai dan proses pembuatannya. Paten Indonesia ID 00200100568.
- Yu J, Castada HZ, Huang X, Barringer SA. 2018. Comparison of encapsulation of garlic oil with  $\alpha$ -,  $\beta$ -, and  $\gamma$ -cyclodextrin using selected ion flow tube-mass spectrometry (SIFT-MS). *J Food Process Preserv* 43: e13865. <https://doi.org/10.1111/jfpp.13865>
- Yuliani S, Torley PJ, Bhandari B. Mikroenkapsulasi  $\alpha$ -limonen untuk perisaan produk ekstrusi. *J Teknologi Industri Pertanian* 17: 54-60.
- Zhang X, Cresswell M. 2016. Inorganic Controlled Release Technology: Materials and Concepts for Advanced Drug Formulation. 17-55. Butterworth-Heinemann, Kidlington, Oxford. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-099991-3.00002-8>
- Zhou G, Zhao T, Wan J, Liu C, Liu W, Wang R. 2015. Predict the glass transition temperature and plasticization of  $\beta$ -cyclodextrin/water binary system by molecular dynamics simulation. *Carbohydr Res* 401: 89-95. <https://doi.org/10.1016/j.carres.2014.10.026>