

# ENKAPSULASI MINYAK NILAM (*Pogostemon cablin* Benth), PALA (*Myristica fragrans* Houtt) DAN SEREH WANGI (*Cymbopogon nardus* (L.) Rendle) MENGGUNAKAN KITOSAN DENGAN METODE GELASI IONIK

Yuliani Aisyah<sup>1</sup>, Devri Maulina<sup>1</sup>, Asmawati<sup>1</sup>

Program Studi Teknologi Hasil Pertanian, Fakultas Pertanian, Universitas Syiah Kuala

Email: yuliani.aisyah@unsyiah.ac.id

## ABSTRAK

Minyak atsiri bersifat volatil sehingga rentan terhadap suhu tinggi, oksidasi, sinar UV dan kelembapan, sehingga diperlukan solusi untuk mengatasi permasalahan tersebut. Salah satu solusi yang dapat digunakan adalah teknologi enkapsulasi. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh jenis minyak atsiri dan perbandingan bahan penyalut kitosan-STPP dengan metode gelasi ionik terhadap karakteristik mikrokapsul yang meliputi efisiensi enkapsulasi, karakteristik gugus fungsi, ukuran partikel, distribusi ukuran partikel (indeks polidispersitas), zeta potensial, dan profil morfologi. Penelitian ini menggunakan Rancangan Acak Kelompok (RAK) faktorial, dengan faktor pertama: jenis minyak atsiri yaitu minyak nilam, minyak pala dan minyak serih wangi. Faktor kedua adalah perbandingan larutan kitosan-STPP: minyak atsiri (P) yaitu P1=1:1, P2=1:2 dan P3=1:3. Pengulangan dilakukan sebanyak 3 kali, untuk mengetahui perbedaan pengaruh perlakuan maka dilakukan pengujian dengan *Analysis of Variance* (Anova) dan dilanjutkan dengan uji Beda Nyata Terkecil (BNT) pada tingkat signifikansi 0.025. Hasil penelitian menunjukkan bahwa faktor perbandingan larutan kitosan-STPP: minyak atsiri (P) berpengaruh nyata terhadap efisiensi enkapsulasi. Uji BNT<sub>0,25</sub> menunjukkan nilai efisiensi enkapsulasi mikrokapsul dengan perbandingan kitosan-STPP: minyak atsiri 1:3 (89,5%) dan 1:2 (86,97%) lebih tinggi dan berbeda nyata dengan mikrokapsul dengan perbandingan kitosan-STPP: minyak atsiri 1:1 (81,77%). Hasil FTIR menunjukkan bahwa ketiga jenis minyak atsiri memiliki gugus fungsi N-H amina dan gugus fungsi C=C ester. Mikrokapsul yang memiliki karakteristik terbaik adalah minyak nilam dengan perbandingan kitosan-STPP: minyak atsiri 1:3 (M1P3), memiliki efisiensi enkapsulasi 93,13%, ukuran partikel 294,4 nm, indeks polidispersitas 0,498, zeta potensial (-)58,7, morfologi partikel berbentuk bulat, tidak berpori dan memiliki permukaan yang halus.

**Kata kunci**— enkapsulasi; gelasi ionik; kitosan-STPP; minyak atsiri

## PENDAHULUAN

Indonesia adalah salah satu negara penghasil minyak atsiri dunia yang merupakan salah satu komoditas ekspor unggulan yang menghasilkan devisa negara. Minyak atsiri diperoleh melalui proses ekstraksi dari tumbuhan yang mengandung minyak atsiri baik dari bagian daun, bunga, batang, dan biji-biji. Minyak atsiri dari tanaman nilam (*Pogostemon cablin* Benth), pala (*Myristica fragrans* Houtt) dan serih wangi (*Cymbopogon nardus* (L.) Rendle), merupakan minyak atsiri unggulan dari Provinsi Aceh dan dikenal memiliki kualitas yang baik. Ketiga minyak atsiri ini memiliki aktivitas antimikroba (Aisyah et al., 2021) dan antioksidan ((Rachmatillah et al., 2021), sehingga sangat potensial diaplikasikan sebagai bioaditif pangan. Namun, minyak atsiri rentan terhadap suhu tinggi, oksidasi, sinar UV dan kelembapan, sehingga diperlukan solusi untuk mengatasi permasalahan tersebut. Salah satu solusi yang dapat digunakan adalah teknologi enkapsulasi.

Enkapsulasi merupakan suatu proses untuk melindungi bahan aktif berupa gas, cairan dan padatan dengan menggunakan bahan penyalut (Jayanudin and Rochmadi, 2017). Jenis bahan penyalut yang digunakan merupakan hal yang perlu diperhatikan dalam proses enkapsulasi (Supriyadi and Rujita, 2013). Penyalut adalah suatu bahan yang dapat bercampur secara kimia dengan bahan inti (zat yang disalut), *inert* (tidak bereaksi) terhadap bahan inti serta dapat membentuk lapisan di sekitar bahan inti. Kitosan merupakan salah satu jenis bahan penyalut yang dapat digunakan dalam proses enkapsulasi yang bersifat tidak beracun, aman dalam produk pangan, serta mudah untuk dipreparasi menjadi bentuk partikel (Ferdiansyah et al., 2017). Selain itu, kitosan juga bersifat *biocompatible* dan *biodegradable*.

Menurut (Putri et al., 2020), untuk memperkuat ikatan matriks yang terbentuk dalam proses enkapsulasi maka diperlukan penambahan *crosslinking agent*. Natrium tripolifosfat memiliki sifat yang stabil di dalam emulsi sehingga dapat digunakan sebagai *crosslinking agent* (Putri et al., 2020).

Tripolifosfat dalam nanopartikel sambung silang multi-ion digunakan sebagai pasangan ion dari kitosan. Tripolifosfat bersifat sebagai anion multivalen yang dapat membentuk ikatan sambung silang dengan kitosan. Penelitian (Istianah, 2019) menyebutkan bahwa dengan menggunakan tripolifosfat sebagai salah satu pasangan ion kitosan, nanopartikel yang diperoleh lebih stabil. Pada nanopartikel sambung silang multi ion, tripolifosfat berperan sebagai salah satu komponen anion multivalen yang akan membentuk ikatan silang dengan kitosan kationik.

Proses enkapsulasi dapat menggunakan teknik gelas ionik untuk membentuk lapisan pelindung bahan aktif. Metode gelas ionik melibatkan proses sambung silang antara polielektrolit dengan adanya pasangan ion multivalennya sehingga terjadi interaksi ionik antar polimer yang bermuatan positif dan ion negatif. Gelas ionik diikuti dengan kompleksasi polielektrolit dengan polielektrolit yang berlawanan. Pembentukan ikatan sambung silang ini akan memperkuat kekuatan mekanis dari partikel yang terbentuk ((Park and Yeo, 2007).

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh jenis minyak atsiri dan perbandingan bahan penyalut kitosan-STPP dengan metode gelas ionik terhadap karakteristik mikrokapsul yang meliputi efisiensi enkapsulasi, karakteristik gugus fungsi, ukuran partikel, distribusi ukuran partikel (indeks polidispersitas), zeta potensial, dan profil morfologi.

## METODOLOGI PENELITIAN

### A. Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu Gebeen *Hand Blender* SG-3400M, *hotplate* (PMC721), pH meter (Milwaukee PH56 Pro), termometer, timbangan analitik dan gelas kimia. Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu minyak atsiri (nilam, minyak sereh wangi, pala) dari Atsiri Research Center (ARC) Universitas Syiah Kuala, Tween 80 (Merck), sodium tripolifosfat (PT. Indo Wang Universal), CH<sub>3</sub>COOH (Merck), dan NaOH (Merck).

### B. Rancangan Penelitian

Penelitian menggunakan Rancangan Acak Kelompok (RAK) factorial dengan faktor pertama adalah jenis minyak atsiri meliputi minyak nilam, minyak pala dan minyak sereh wangi. Faktor kedua adalah perbandingan larutan kitosan-STPP: minyak atsiri (P) yaitu P1=1:1, P2=1:2 dan P3=1:3. Pengulangan dilakukan sebanyak 3 kali, sehingga diperoleh 27 satuan percobaan, untuk mengetahui perbedaan pengaruh perlakuan maka dilakukan pengujian dengan *Analysis of Variance* (Anova). Apabila uji perlakuan menunjukkan pengaruh nyata antar perlakuan maka dilanjutkan dengan uji Beda Nyata Terkecil (BNT) pada tingkat signifikansi 0.025.

### C. Prosedur Penelitian

#### 1. Pembuatan Larutan Kitosan 0,1% ((Triwulandari *et al.*, 2018)

Sebanyak 0,1 g kitosan dilarutkan dalam 100 ml asam asetat konsentrasi 0,2%. Larutan diaduk dengan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 500 rpm hingga larut. Kitosan yang sudah larut ditambahkan NaOH 1 M tetes demi tetes hingga pH larutan 5.

#### 2. Pembuatan Larutan Kitosan-STPP ((Triwulandari *et al.*, 2018)

Disiapkan larutan STPP dengan melarutkan STPP sebanyak 0,1 g dalam 100 mL akuades sehingga diperoleh konsentrasi 0,1%. Sebanyak 10 ml larutan STPP 0,1% ditambahkan tetes demi tetes menggunakan buret ke dalam larutan kitosan 0,1% (30 ml) yang telah disiapkan sebelumnya (perbandingan larutan kitosan-STPP adalah 3:1). Penambahan STPP ke dalam larutan kitosan disertai dengan pengadukan dengan kecepatan 500 rpm selama 30 menit. Setelah seluruh penambahan 10 mL larutan STPP 0,1% selesai pengadukan dilanjutkan kembali selama 30 menit.

#### 3. Pembuatan Emulsi Minyak Atsiri ((Shetta *et al.*, 2019)

1. Pembuatan emulsi sebanyak 50 ml dilakukan dengan mencampurkan 2,5 g masing-masing minyak atsiri (minyak nilam, minyak pala, minyak sereh wangi) dengan 2,8 gram tween 80.
2. Selanjutnya dilakukan homogenisasi pada suhu ruang dengan kecepatan 22000 rpm selama 30 detik.

#### 4. Proses Enkapsulasi Minyak Atsiri (Ferdiansyah *et al.*, 2017)

Larutan enkapsulat dibuat dengan menambahkan larutan kitosan-STPP ke dalam emulsi masing-masing minyak atsiri dengan perbandingan larutan kitosan-STPP : minyak atsiri adalah 1:1, 1:2

dan 1:3, kemudian dilakukan pengadukan pada kecepatan 500 rpm selama 30 menit. Pengadukan dilanjutkan kembali selama 30 menit setelah penambahan larutan kitosan-STPP selesai.

#### D. Analisis Mikrokapsul

##### 1. Efisiensi Enkapsulasi

*Wet* mikrokapsul minyak atsiri disentrifugasi selama 30 menit pada kecepatan 10.000 rpm. Supernatan diukur daya serapnya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Selanjutnya dilakukan pengukuran blanko sebagai koreksi (Istianah, 2019).

##### 2. Pengukuran Ukuran Partikel, Indeks Polidispersitas dan Zeta Potensial

Ukuran partikel, nilai indeks polidispersitas (PdI), dan nilai zeta potensial *wet* mikrokapsul dilakukan menggunakan Malvern Zetasizer Nano ZS pada suhu 25°C. Rata-rata ukuran partikel dan PdI ditentukan melalui mekanisme hamburan cahaya dalam Zetasizer Nano ZS (Malvern Instruments, UK) (Amyliana dan Agustini, 2021).

##### 3. Karakteristik Gugus Fungsi dengan Spektrofotometer Fourier Transform Infra Red

Karakteristik gugus fungsional dilakukan dengan menggunakan metode DRS (*Diffuse Reflectance Spectroscopy*). Mikrokapsul dicampur dengan KBr, banyaknya sampel yang digunakan adalah 1% dari massa KBr. Kemudian campuran diletakkan di sample *holder* dan di-scan pada daerah 4.000-400  $\text{cm}^{-1}$  (Istianah, 2019).

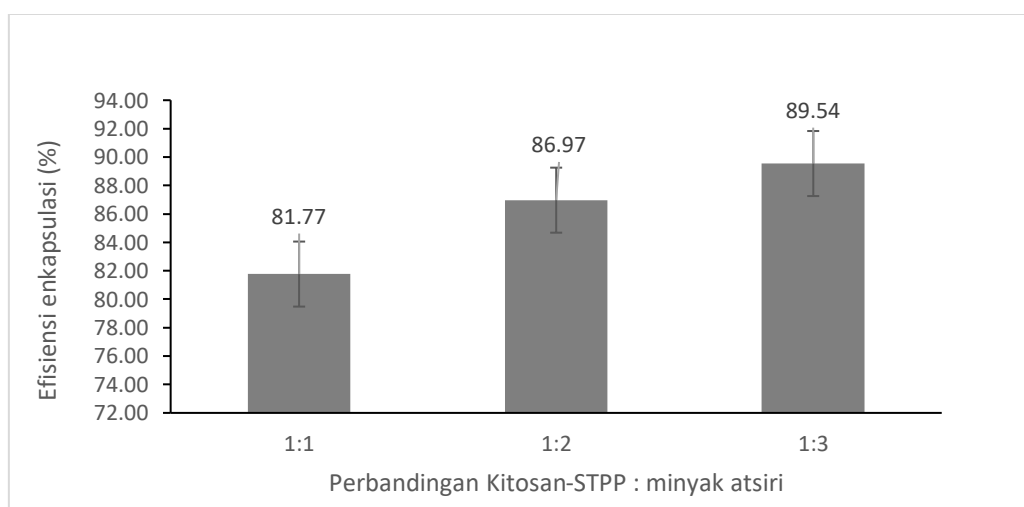
##### 4. Karakteristik Morfologi dengan Scanning Electron Microscopy

*Wet* mikrokapsul dilakukan spray drying, kemudian morfologi struktur dikarakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dengan campuran emas-paladium dalam kondisi vakum. Gambar SEM diambil dengan acceleration voltage 10kV (Istianah, 2019).

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### A. Efisiensi Enkapsulasi

Efisiensi enkapsulasi menunjukkan persentase senyawa inti (minyak atsiri) yang terenkapsulasi di dalam kapsul. Jika nilai efisiensi enkapsulasi tinggi maka kemampuan penyalut dalam melindungi bahan inti semakin baik (Supriyadi dan Rujita, 2013). Nilai efisiensi enkapsulasi pada penelitian ini berkisar antara 62,6 – 98,5%, dengan rata-rata 86,09%. Hasil sidik ragam menunjukkan perbandingan Kitosan-STPP: minyak atsiri (P) berpengaruh nyata terhadap efisiensi enkapsulasi pada F-tabel 0.25, namun jenis minyak atsiri (M), dan interaksi jenis minyak atsiri dan perbandingan Kitosan-STPP : minyak atsiri (MP) berpengaruh tidak nyata terhadap efisiensi enkapsulasi. Pengaruh perbandingan Kitosan-STPP: minyak atsiri terhadap efisiensi enkapsulasi dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Pengaruh Perbandingan Kitosan-STPP: Minyak Atsiri terhadap Efisiensi Enkapsulasi (nilai yang diikuti dengan huruf yang berbeda menunjukkan perbedaan nyata pada uji  $\text{BNT}_{0,25}$ ,  $\text{KK}= 3,76\%$ ).

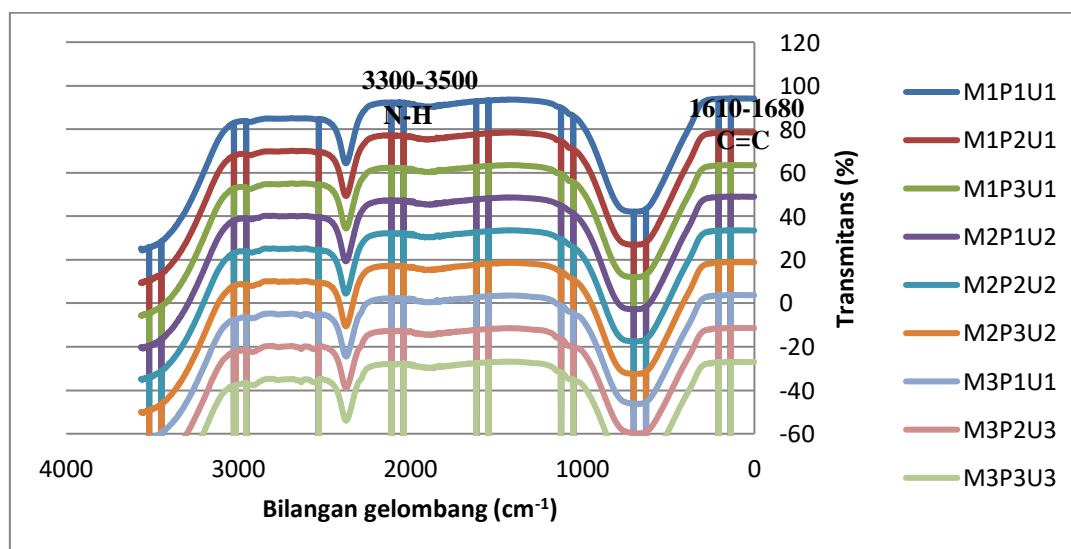
Pada Gambar 1 dapat dilihat bahwa nilai efisiensi enkapsulasi bervariasi untuk masing-masing perlakuan. Uji  $BNT_{0,25}$  menunjukkan efisiensi enkapsulasi pada mikrokapsul dengan perbandingan Kitosan-STPP : minyak atsiri 1:3 ( $P_3$ ) dan 1:2 ( $P_2$ ) yaitu masing-masing 89,50% dan 86,97% lebih tinggi dibandingkan dengan mikrokapsul dengan perbandingan kitosan-STPP : minyak atsiri 1:1 ( $P_1$ ) yaitu 81,77%. Hal ini menunjukkan bahwa proporsi minyak atsiri yang lebih besar menunjukkan nilai efisiensi enkapsulasi yang lebih besar pula. Hasil penelitian ini sesuai dengan penelitian Hasrini *et al.*, (2017) yang melakukan enkapsulasi karotenoid dari minyak sawit mentah, dan diperoleh nilai efisiensi enkapsulasi yang tinggi pada sampel yang memiliki proporsi bahan inti lebih banyak daripada bahan penyalut, yaitu efisiensi enkapsulasi dengan formulasi rasio bahan penyalut: minyak sawit mentah 1:1,6 yaitu  $59,95\% \pm 1,5$  lebih tinggi dari formulasi rasio bahan penyalut: minyak sawit mentah 1:1,4 yaitu  $58,38\% \pm 0,6$ .

Menurut Ton *et al.*, (2016), bahan penyalut merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi efisiensi enkapsulasi. Penggabungan kitosan dan STPP menyebabkan terjadi interaksi sambung silang polimer sehingga meningkatkan nilai tortuositas (Arianto *et al.*, 2015). Tortuositas adalah besaran yang terkait dengan jalur yang dilewati oleh fluida dalam suatu medium berpori (Batys and Weroński, 2014). Bahan penyalut dari kelompok protein berperan sebagai emulsifier dan agen pembentuk film (Gharsallaoui *et al.*, 2010). Penambahan agen *crosslink* STPP berfungsi menguatkan jaringan di sistem. STPP berinteraksi dengan kitosan, sehingga rantai-rantai polimer kitosan akan semakin rapat. Campuran antara kitosan-STPP membuat reaksi ionik, dimana polyanion STPP bereaksi dengan polikation kitosan sehingga menghasilkan matriks yang lebih kuat.

Nilai efisiensi enkapsulasi pada penelitian ini lebih tinggi jika dibandingkan dengan hasil penelitian Putri *et al.*, (2020), dimana nilai efisiensi enkapsulasi berkisar 74,87 – 92,20% untuk enkapsulasi campuran minyak atsiri menggunakan bahan penyalut gelatin dan maltodekstrin, dan Suryani *et al.*, (2016), yang melakukan enkapsulasi nanopartikel kurkumin dengan teknik gelasi ionik menggunakan kitosan, tripolifosfat dan natrium alginat yang berkisar 86,60 – 93,21%, serta Istianah (2019), yang melakukan enkapsulasi asam folat menggunakan nanopartikel Kitosan dan STPP yang berkisar 37,60 – 70,96%.

## B. Analisis FTIR

Analisis FTIR bertujuan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang ada pada mikrokapsul minyak atsiri nilam, pala dan sereh wangi dengan bilangan gelombang 4000-350  $cm^{-1}$ . Analisis FTIR dilakukan dengan cara membandingkan puncak dan intensitas yang muncul pada spektrum IR dengan referensi. Pergeseran dan perubahan puncak dan intensitas sering terjadi pada spektrum IR karena perbedaan lingkungan kimia dari gugus fungsi dan pelarut yang digunakan (Istianah, 2019). Analisis FTIR dilakukan pada sampel mikrokapsul minyak atsiri.



Gambar 2. Grafik FTIR Minyak Atsiri Terenkapsulasi

Pada grafik spektra FTIR Gambar 2, sampel M1P1U1 menunjukkan adanya gugus N-H dari ikatan Amina pada rentang gelombang  $3307,82\text{ cm}^{-1}$ , dan gugus fungsi C=C Alkena pada serapan bilangan gelombang  $1638,82\text{ cm}^{-1}$ . Sampel M1P2U1 menunjukkan adanya gugus N-H Amina pada serapan bilangan gelombang  $3306,25\text{ cm}^{-1}$  dan pada serapan bilangan  $1638,76\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus C=C Alkena yang terkandung dalam minyak atsiri nilam terenkapsulasi. Pada sampel M1P3U1 pada panjang gelombang  $3308,38\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus N-H dari ikatan Amina dan gugus C=C Alkena pada serapan bilangan gelombang  $1637,57\text{ cm}^{-1}$ . Sampel M2P1U2 menunjukkan adanya gugus N-H Amina pada serapan bilangan gelombang  $3306,34\text{ cm}^{-1}$  dan pada serapan bilangan  $1636,05\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus C=C Alkena. Pada sampel M2P2 terdapat gugus N-H dari ikatan Amina pada rentang gelombang  $3306,17\text{ cm}^{-1}$ , dan gugus fungsi C=C Alkena pada serapan bilangan gelombang  $1637,99\text{ cm}^{-1}$ . Pada sampel M2P3U2 menunjukkan adanya gugus N-H dari ikatan Amina pada rentang gelombang  $3309,21\text{ cm}^{-1}$ , dan gugus fungsi C=C Alkena pada serapan bilangan gelombang  $1636,18\text{ cm}^{-1}$ . Sampel M3P1 menunjukkan adanya gugus N-H Amina pada serapan bilangan gelombang  $3338,89\text{ cm}^{-1}$  dan pada serapan bilangan  $1638,29\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus C=C Alkena. Sampel M3P2U3 menunjukkan adanya gugus N-H dari ikatan Amina pada rentang gelombang  $3338,82\text{ cm}^{-1}$ , dan gugus fungsi C=C Alkena pada serapan bilangan gelombang  $1638,13\text{ cm}^{-1}$ . Pada sampel M3P3U3 menunjukkan adanya gugus N-H Amina pada serapan bilangan gelombang  $3339,35\text{ cm}^{-1}$  dan pada serapan bilangan  $1638,11\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus C=C Alkena yang terkandung dalam minyak atsiri terenkapsulasi. Rekapitulasi gugus fungsi yang dapat diidentifikasi dari ke-9 sampel mikrokapsul dapat dilihat ppada Tabel 1.

Tabel 1. Gugus fungsi teridentifikasi pada minyak nilam, minyak pala dan minyak sereh wangi terenkapsulasi dari spektrum FTIR

Gugus Fungsi	Nama Gugus Fungsi	Serapan Gelombang Mikrokapsul ( $\text{cm}^{-1}$ )			Referensi*
		Minyak Nilam (M1)	Minyak Pala (M2)	Minyak Sereh Wangi (M3)	
N-H	Amina	3307,82	3306,34	3338,89	3300-3500
		3306,25	3306,17	3338,82	
		3308,38	3309,21	3339,35	
C=C	Ester	1638,76	1637,57	1638,29	1610-1680
		1638,76	1637,99	1638,13	
		1637,57	1636,18	1638,11	

\*(Putri *et al*, 2016).

Berdasarkan Tabel 1, masing-masing minyak atsiri memiliki gugus fungsi N-H dan C=C baik pada perbandingan larutan kitosan-STPP: minyak atsiri 1:1, 1:2 dan 1:3. Pada minyak nilam terenkapsulasi, gugus fungsi N-H berada pada rentang gelombang  $3306,25 - 3308,38\text{ cm}^{-1}$  dan gugus fungsi C=C berada pada rentang gelombang  $1637,57 - 1638,76\text{ cm}^{-1}$ . Pada minyak pala terenkapsulasi, gugus fungsi N-H berada pada rentang gelombang  $3306,17 - 3309,21\text{ cm}^{-1}$  dan gugus fungsi C=C berada pada rentang gelombang  $1636,18 - 1637,99\text{ cm}^{-1}$ . Pada minyak sereh wangi terenkapsulasi, gugus fungsi N-H berada pada rentang gelombang  $3338,82 - 3339,35\text{ cm}^{-1}$  dan gugus fungsi C=C berada pada rentang gelombang  $1636,11 - 1638,29\text{ cm}^{-1}$ . Semua gugus fungsi yang teridentifikasi sesuai dengan rentang gelombang yang digunakan sebagai referensi (pembanding).

### C. Ukuran Partikel

Analisis ukuran partikel dilakukan pada 6 (enam) sampel *wet* mikrokapsul dengan formulasi enkapsulasi minyak nilam menggunakan perbandingan Kitosan-STPP : minyak nilam 1:1 dan 1:3, enkapsulasi minyak pala menggunakan perbandingan Kitosan-STPP : minyak pala 1:1 dan 1:3, dan enkapsulasi minyak sereh wangi menggunakan perbandingan Kitosan-STPP : minyak sereh wangi 1:1 dan 1:3. Pemilihan ke-6 perlakuan ini berdasarkan nilai efisiensi enkapsulasi tertinggi dan terendah dari masing-masing minyak atsiri (Gambar 1). Analisis dilakukan menggunakan alat *Particle Size Analyzer* (PSA). Hasil analisis ukuran partikel *wet* mikrokapsul dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Ukuran partikel minyak atsiri terenkapsulasi

Jenis Minyak Atsiri (M)	Perbandingan Kitosan-STPP: Minyak Atsiri (P)	Ukuran Partikel (nm)
Minyak Nilam (M1)	1:1 (P1)	275,5
Minyak Nilam (M1)	1:3 (P3)	294,4
Minyak Pala (M2)	1:1 (P1)	178,8
Minyak Pala (M2)	1:3 (P2)	225,8
Minyak Sereh Wangi (M3)	1:1 (P1)	196,1
Minyak Sereh Wangi (M3)	1:3 (P3)	220,3

Pada Tabel 2 dapat dilihat bahwa ukuran partikel mikrokapsul minyak atsiri dengan formulasi perbandingan kitosan-STPP: minyak atsiri 1:3 lebih besar dibandingkan dengan ukuran partikel mikrokapsul minyak atsiri dengan formulasi perbandingan kitosan-STPP : minyak atsiri 1:1, untuk masing-masing minyak atsiri (nilam, pala, dan sereh wangi). Hal ini dapat disebabkan karena semakin besar perbandingan minyak atsiri yang dienkapsulasi maka semakin besar berat molekul. Ukuran partikel sangat dipengaruhi oleh berat molekul awal komponen penyusunnya (Goycoolea *et al.*, 2009). Ukuran partikel ke-6 sampel yang dianalisis berkisar 178 - 298 nm dengan rata-rata 231,82 nm. Ukuran partikel yang paling kecil terdapat pada minyak pala dengan perbandingan kitosan-STPP : minyak atsiri 1:1 yaitu 178,8 nm. Menurut Gutiérrez *et al.*, (2008), ukuran nano merupakan ukuran suatu komponen yang berada pada interval 20-200 nm dan 100- 500 nm (Tang *et al.*, 2013).

Nahrowi (2017) menyatakan bahwa semakin kecil ukuran partikel nanomaterial maka semakin rendah efisiensi enkapsulasi, dan menurut Hans dan Lowman (2002), efisiensi enkapsulasi meningkat dengan meningkatnya diameter nanopartikel. Hal ini sesuai dengan data nilai efisiensi enkapsulasi pada penelitian ini, yang menunjukkan *wet* mikrokapsul pada perbandingan kitosan-STPP : minyak atsiri 1:3 memiliki nilai efisiensi enkapsulasi lebih besar (89,5%) dibandingkan dengan efisiensi enkapsulasi pada perbandingan kitosan-STPP : minyak atsiri 1:1 (81,77%), demikian juga dengan ukuran partikelnya dimana *wet* mikrokapsul pada perbandingan kitosan-STPP : minyak atsiri 1:3 memiliki ukuran partikel lebih besar dibandingkan dengan ukuran partikel pada perbandingan kitosan-STPP : minyak atsiri 1:1.

Pada Tabel 2 juga menunjukkan rata-rata ukuran partikel mikrokapsul minyak nilam lebih besar dibandingkan dengan rata-rata ukuran partikel mikrokapsul minyak pala dan mikrokapsul minyak sereh wangi. Urutan rata-rata ukuran partikel adalah mikrokapsul minyak nilam > mikrokapsul minyak sereh wangi > mikrokapsul minyak pala. Hal ini dapat disebabkan oleh berat molekul (BM) dari komponen yang menyusun setiap minyak atsiri. Tiga komponen terbesar pada minyak nilam adalah *patchouli alcohol* (29,12%) dengan berat molekul (BM) = 222,36 g/mol, *delta-guaiene* (18,23%) dengan BM = 151,13 g/mol, dan *alpha-guaiene* (14,56%) dengan BM = 151,13 g/mol. Tiga komponen terbesar pada minyak pala adalah *alpha-pinene* (20,63%) dengan BM = 136,24 g/mol, *sabinene* (20,24%) dengan BM = 136,23 g/mol, dan *beta-pinene* dengan BM = 136,23 g/mol 16,80. Tiga komponen terbesar pada minyak sereh wangi adalah *citronellal* (43,02%) dengan BM = 154,25 g/mol, nerol (16,21%) dengan BM = 154,25, dan *beta-citronellol* (10,99%) dengan BM = 156,27 (Aisyah *et al.*, 2021).

#### D. Indeks Polidispersitas

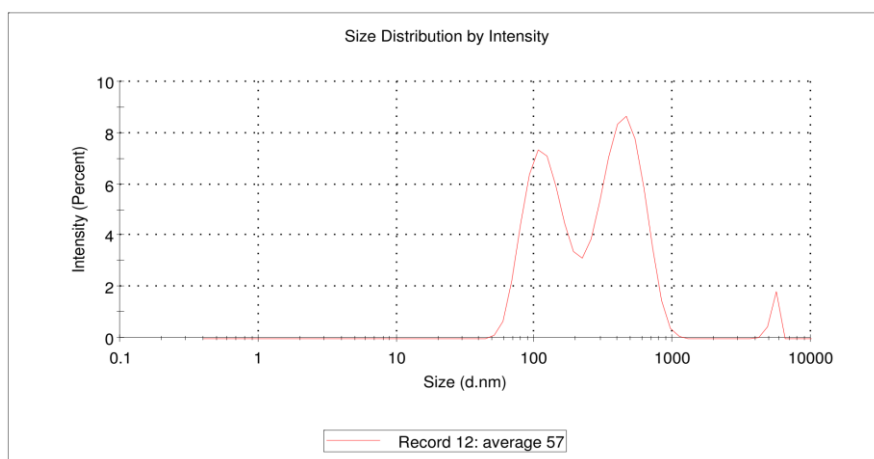
Indeks polidispersitas menunjukkan tingkat keseragaman ukuran partikel (Ferdiansyah *et al.*, 2017). Nilai indeks polidispersitas yang rendah menunjukkan tingkat keseragaman ukuran partikel dalam sistem tinggi ((Taurina *et al.*, 2017). Nilai indeks polidispersitas yang semakin besar dan mendekati 1 menunjukkan bahwa partikel tersebut bersifat heterogen, sedangkan jika partikel bersifat homogen maka nilai indeks polidispersitas semakin kecil dan mendekati 0 (Andasari, 2017). Hasil analisis indeks polidispersitas *wet* mikrokapsul dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Nilai indeks polidispersitas minyak atsiri terenkapsulasi

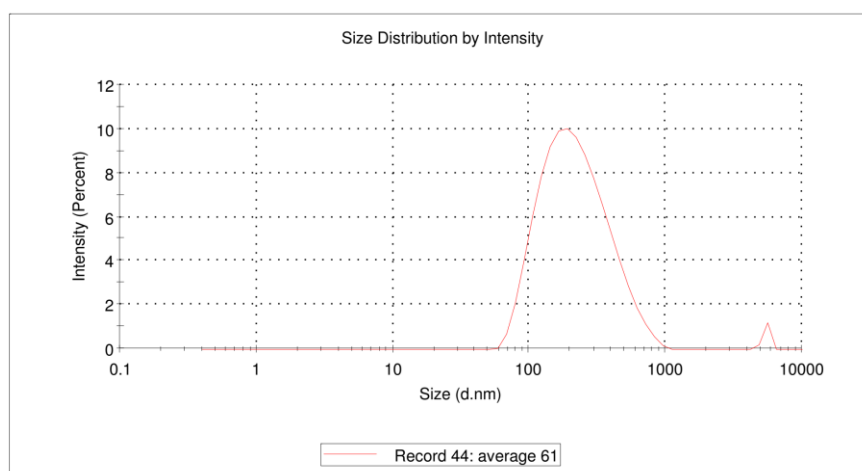
Jenis Minyak Atsiri (M)	Perbandingan Kitosan-STPP: minyak atsiri (P)	Indeks polidispersitas
Minyak Nilam (M1)	1:1 (P1)	0,544
Minyak Nilam (M1)	1:3 (P3)	0,498
Minyak Pala (M2)	1:1 (P1)	0,562
Minyak Pala (M2)	1:3 (P3)	0,625
Minyak Sereh Wangi (M3)	1:1 (P1)	0,351
Minyak Sereh Wangi (M3)	1:3 (P3)	0,467

Berdasarkan hasil yang diperoleh pada Tabel 3 dapat diketahui bahwa nilai indeks polidispersitas minyak sereh wangi terenkapsulasi dengan perbandingan kitosan-STPP: minyak atsiri 1:1 memiliki indeks polidispersitas yang paling kecil yaitu 0,351, sedangkan untuk sampel lainnya memiliki nilai yang lebih tinggi dari 0,351. Hasil ini menunjukkan bahwa sampel M3P1 memiliki ukuran partikel yang lebih seragam dibandingkan dengan 5 (lima) sampel lainnya.

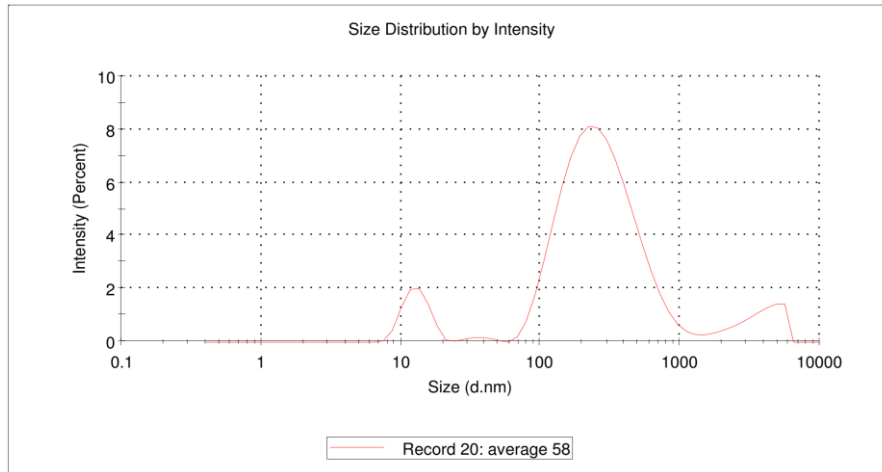
Menurut Benavides *et al.*, (2016) nilai indeks polidispersitas yang baik adalah  $< 0,5$  (mikrokapsul homogen). Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa partikel mikrokapsul minyak atsiri terenkapsulasi pada perlakuan formulasi M1P3 (0,498), M3P1 (0,351), dan M3P3 (0,467) telah seragam (homogen) dan stabil. Kurva pengukuran 6 (enam) sampel mikrokapsul berdasarkan intensitas penyebaran dapat dilihat pada Gambar 3-8.



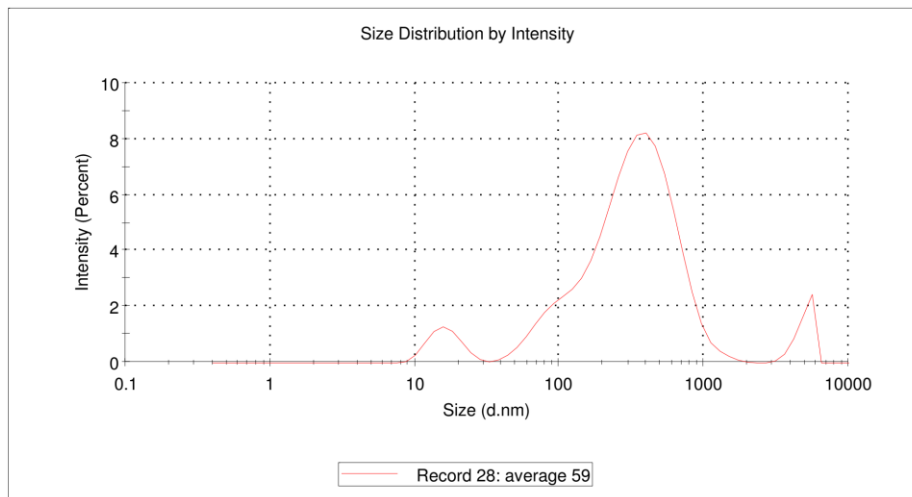
Gambar 3. Kurva intensitas distribusi ukuran partikel formulasi M1P1



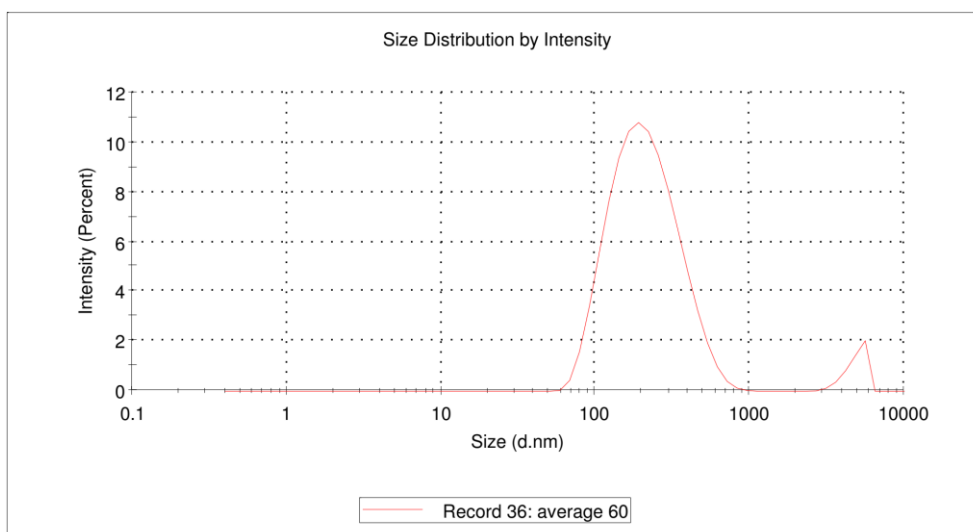
Gambar 4. Kurva intensitas distribusi ukuran partikel formulasi M1P3



Gambar 5. Kurva intensitas distribusi ukuran partikel formulasi M2P1

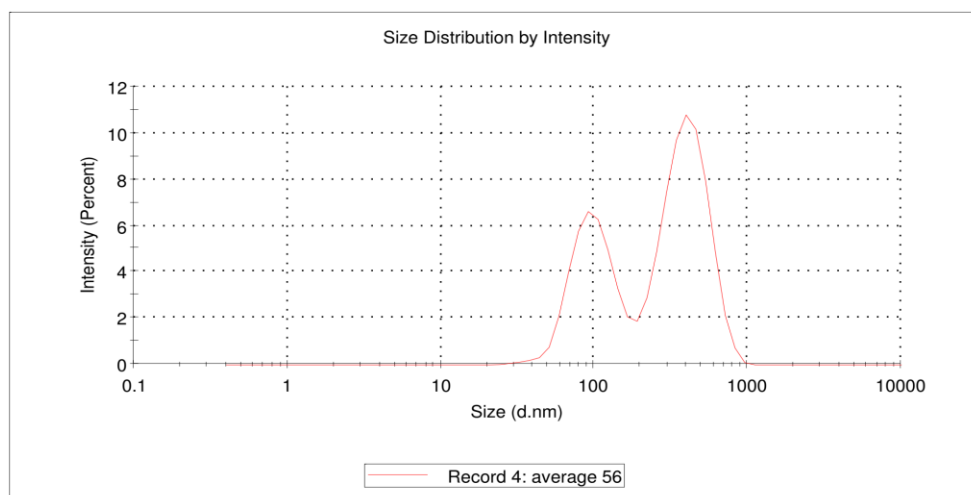


Gambar 6. Kurva intensitas distribusi ukuran partikel formulasi M2P3



Gambar 7. Kurva intensitas distribusi ukuran partikel formulasi M3P1





Gambar 8. Kurva intensitas distribusi ukuran partikel formulasi M3P3

Hasil pengukuran keseragaman ukurn partikel ke-enam formulasi dalam penelitian ini menunjukkan pola semakin sedikit puncak yang terbentuk pada kurva maka keseragaman ukuran partikel mikrokapsul semakin homogen dan stabil (nilai indeks polidispersitas semakin kecil), sebaliknya semakin banyak puncak yang terbentuk pada kurva maka keseragaman ukuran partikel sampel semakin heterogen (nilai indeks polidispersitas semakin tinggi).

#### E. Zeta Potensial

Zeta potensial umumnya digunakan untuk mengkarakterisasi sifat muatan permukaan nanopartikel atau suatu sistem koloid. Hal ini penting untuk mengevaluasi stabilitas fisik dan menentukan efektivitas pelapisan permukaan (Suryani *et al.*, 2016). Semakin tinggi zeta potensial maka terjadinya interaksi antara partikel satu dengan lainnya atau terjadinya penggabungan partikel dari kecil menjadi besar (flokulasi) semakin kecil (Luo *et al.*, 2013). Hasil analisis zeta potensial *wet* mikrokapsul dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Nilai Zeta Potensial Minyak Atsiri Terenkapsulasi

Jenis Minyak Atsiri (M)	Perbandingan Kitosan-STPP: minyak atsiri (P)	Zeta potensial (mV)
Minyak Nilam (M1)	1:1 (P1)	(-)52,6
Minyak Nilam (M1)	1:3 (P3)	(-)58,7
Minyak Pala (M2)	1:1 (P1)	(-)16,8
Minyak Pala (M2)	1:3 (P3)	(-)24,6
Minyak Sereh Wangi (M3)	1:1 (P1)	(-)23,4
Minyak Sereh Wangi (M3)	1:3 (P3)	(-)18,1

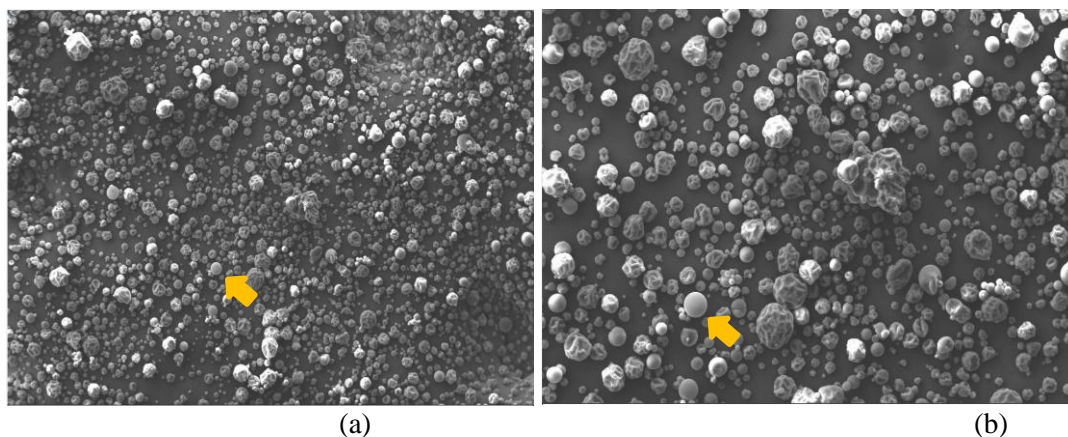
Nilai zeta potensial pada minyak nilam terenkapsulasi dengan perbandingan kitosan-STPP: minyak atsiri 1:3 yaitu (-)58,7 mV lebih tinggi dari sampel lainnya. Menurut Ferdiansyah *et al.*, (2017), semakin tinggi nilai zeta potensial maka semakin rendah laju flokulasi, sebaliknya nilai zeta potensial yang kecil memungkinkan terjadinya flokulasi. Analisis zeta potensial dilakukan untuk mengetahui sifat muatan pada permukaan suatu partikel. Nilai zeta potensial yang baik adalah  $> (-)30$  mV atau  $> (+)30$  mV, nilai zeta potensial yang baik menunjukkan kekuatan partikel untuk saling tolak menolak semakin kuat sehingga menghasilkan dispersi yang stabil dari sediaan/sampel (Hidayah and Ambarsari, 2018).

Pada Tabel 4 dapat dilihat bahwa nilai zeta potensial yang diperoleh adalah negatif. Menurut (Amyliana and Agustini, 2021), zeta potensial yang bernilai negatif menandakan bahwa mikrokapsul memiliki muatan permukaan yang negatif. Beberapa faktor yang menentukan zeta potensial bermuatan negatif yaitu penggunaan bahan penyalut dengan berat molekul tinggi, penggunaan akuades sebagai

pelarut, pH yang tinggi, konduktivitas dan perubahan konsentrasi akibat penambahan zat seperti surfaktan ionik atau polimer (Amyliana and Agustini, 2021).

#### F. Morfologi Mikrokapsul

Analisis profil morfologi mikrokapsul menggunakan Scanning Electron Microscopy (SEM) dilakukan pada mikrokapsul yang memiliki nilai ukuran partikel terbesar yaitu minyak nilam dengan perbandingan kitosan-STPP: minyak atsiri 1:3. Sebelum dianalisis mikrokapsul terlebih dahulu dilakukan pengeringan menggunakan *spray drying*. Menurut Ali, et al., (2014), morfologi mikrokapsul dapat mempengaruhi sifat mikrokapsul seperti pelepasan senyawa aktif, retensi, dan lain-lain. Menurut Khasanah *et al.*, (2015), hasil morfologi mikrokapsul yang baik adalah berbentuk bulat tanpa kerutan yang berarti bahan aktif terenkapsulasi dengan baik.



Gambar 9. Foto SEM mikrokapsul minyak nilam dengan perbandingan kitosan-STPP: minyak atsiri 1:3 (M1P3) dengan perbesaran 100 kali (a), dan 200 kali (b)

Pada Gambar 9 terlihat bahwa bahan inti terenkapsulasi dengan sempurna, berbentuk bulat, tidak berpori, memiliki permukaan yang halus (tanda panah pada Gambar 9). Menurut (Purnomo *et al.*, 2014), mikrokapsul yang memiliki permukaan halus dan tidak retak memiliki permeabilitas yang rendah terhadap gas, serta dapat melindungi bahan inti dari proses oksidatif dan kebocoran yang tidak diinginkan. Beberapa mikrokapsul juga membentuk agregat satu sama lain, namun ada juga yang terdistribusi secara merata. Menurut Gharsallaoui *et al.*, (2010) keadaan agregat ini menunjukkan bahwa mikrokapsul memiliki viskositas yang relatif tinggi.

Pada Gambar 9 juga terlihat bahwa mikrokapsul membentuk lekukan-lekukan atau mengempis. Lekukan pada permukaan mikrokapsul dapat disebabkan karena pengeringan yang tidak merata selama *spray drying*, serta kandungan protein yang tinggi pada permukaan mikrokapsul (Hogan *et al.*, 2001). Menurut Ali *et al.*, (2014) menyebutkan bahwa lekukan pada produk mikrokapsul dapat disebabkan oleh penguapan air yang cepat (*ballooning*) pada saat proses *spray drying*. *Ballooning* adalah peristiwa dimana partikel mikrokapsul menggelembung akibat terbentuknya uap air di dalamnya selama proses *spray drying*. Pengelembungan ini dapat disebabkan oleh suhu *spray drying* yang terlalu tinggi atau ketidaksesuaian antara bahan enkapsulasi dan kondisi *spray drying*.

#### KESIMPULAN

Jenis minyak atsiri tidak berpengaruh terhadap karakteristik mikrokapsul yang meliputi efisiensi enkapsulasi, karakteristik gugus fungsi, ukuran partikel, distribusi ukuran partikel (indeks polidispersitas), zeta potensial, dan profil morfologi, namun perbandingan kitosan-STPP: minyak atsiri 1:3 berpengaruh terhadap efisiensi enkapsulasi. Mikrokapsul yang memiliki karakteristik terbaik adalah mikrokapsul minyak nilam dengan perbandingan kitosan-STPP: minyak atsiri 1:3 dengan nilai efisiensi enkapsulasi 93,13%, ukuran partikel 294,4 nm, indeks polidispersitas 0,498, zeta potensial (-)58,7, morfologi partikel berbentuk bulat, tidak berpori dan memiliki permukaan yang halus.

## DAFTAR PUSTAKA

- Aisyah, Y., Yunita, D., Amanda, A. 2021. Antimicrobial Activity of Patchouli (*Pogostemon cablin* Benth), Citronella (*Cymbopogon nardus*), and Nutmeg (*Myristica fragrans*) Essential Oil and Their Mixtures Against Pathogenic and Food Spoilage Microbes. In: *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*. IOP Publishing Ltd. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/667/1/012020>.
- Ali, Y., Darmadji, P., Pranoto, Y. 2014. Optimasi Nanoenkapsulasi Asap Cair Tempurung Kelapa dengan Response Surface Methodology dan Karakterisasi Nanokapsul. *Jurnal Teknologi dan Industri Pangan* 25(1): 23–30. <https://doi.org/10.6066/jtip.2014.25.1.23>.
- Amyliana, N. A., Agustini, R. 2021. Formulation and Characterization of Nanoencapsulation Yeast Black Rice By Sonication Method With Poloxamer. *UNESA Journal of Chemistry* 10(2): 184–191.
- Andasari, S. D. 2017. Formulasi Nanopartikel Zerumbon dari Rimpang Lempuyang Gajah (*Zingiber Zerumbet* L.): Enkapsulasi dengan Kitosan dan Aktivitas Sitotoksiknya terhadap Sel Kanker T47D. *Tesis*. Program Studi Magister Farmasi Sekolah Pascasarjana, Universitas Muhammadiyah Surakarta.
- Arianto, A., Bangun, H., Harahap, U., Ilyas, S., 2015. Effect of Alginate Chitosan Ratio on the Swelling, Mucoadhesive, and Release of Ranitidine from Spherical Matrices Of Alginate-Chitosan. *International Journal of PharmTech Research* 6:2054-2063.
- Batys, P., Weroński, P. 2014. Porosity and Tortuosity of Layer-by-Layer Assemblies of Spherical Particles. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering* 22(6). <https://doi.org/10.1088/0965-0393/22/6/065017>
- Benavides, S., Cortés, P., Parada, J., Franco, W., 2016. Development of Alginate Microspheres Containing Thyme Essential Oil using Ionic Gelation. *Food Chemistry* 204: 77–83. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.02.104>
- Ferdiansyah, F., Heriyanto, H., Wijaya, C. H., Limantara, L., 2017. Pengaruh Metode Nanoenkapsulasi terhadap Stabilitas Pigmen Karotenoid dan Umur Simpan Minyak dari Buah Merah (*Pandanus conoideus* L). *Agritech* 37(4): 369. <https://doi.org/10.22146/agritech.15467>
- Gharsallaoui, A., Saurel, R., Chambin, O., Cases, E., Voilley, A., Cayot, P. 2010. Utilisation of Pectin Coating to Enhance Spray-Dry Stability of Pea Protein-Stabilised Oil-in-Water Emulsions. *Food Chemistry* 122(2): 447–454. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2009.04.017>
- Goycoolea, F.M., Lollo, G., Remuñán-López, C., Quaglia, F., Alonso, M. J. 2009. Chitosan-Alginate Blended Nanoparticles as Carriers for The Transmucosal Delivery of Macromolecules. *Biomacromolecules* 10(7): 1736–1743. <https://doi.org/10.1021/bm9001377>
- Gutiérrez, J. M., González, C., Maestro, A., Solè, I., Pey, C.M., Nolla, J. 2008. Nano-Emulsions: New Applications and Optimization of Their Preparation. *Current Opinion in Colloid and Interface Science* 13: 245-251. <https://doi.org/10.1016/j.cocis.2008.01.005>
- Hans, M. L., Lowman, A. M. 2002. Biodegradable nanoparticles for drug delivery and targeting. *Current Opinion in Solid State and Materials Science* 6: 319-327.
- Hasrini, R. F., Zakaria, F. R., Adawiyah, D.R., Suparto, I. H. 2017. Mikroenkapsulasi Minyak Sawit Mentah dengan Penyalut Maltodekstrin dan Isolat Protein Kedelai. *Jurnal Teknologi dan Industri Pangan* 28(1): 10–19. <https://doi.org/10.6066/jtip.2017.28.1.10>
- Hidayah, R. E., Ambarsari, L. 2018. Development of Trichodermin Nanoemulsion Based on Medium Chain Triglycerides as Antifungal of *Ganoderma boninense* in Vitro. *Current Biochemistry* 4(2): 2–11.
- Hogan, S. A., McNamee, B. F., O’Riordan, D. E., O’Sullivan, M. 2001. Microencapsulating Properties of Sodium Caseinate. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 49(4): 1934–1938. <https://doi.org/10.1021/jf000276q>
- Istianah, 2019. Enkapsulasi Asam Folat Menggunakan Kitosan dengan Metode Gelasi Ionik. *Skripsi*. Program Studi Kimia. Fakultas Sains dan Teknologi. Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah Jakarta.
- Jayanudin, J., Rochmadi, R. 2017. Pengaruh Perbedaan Bahan Penyalut Terhadap Efisiensi Enkapsulasi Oleoresin Jahe Merah. *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia* 13(2): 275–287. <https://doi.org/10.20961/alchemy.v13i2.5406>

- Khasanah, L. U., Anandhito, B. K., Rachmawaty, T., Utami, R., Manuhara, G. J. 2015. Pengaruh Rasio Bahan Penyalut Maltodekstrin, Gum Arab, dan Susu Skim terhadap Karakteristik Fisik dan Kimia Mikrokapsul Oleoresin Daun Kayu Manis (*Cinnamomum burmannii*). *Agritech* 35(4): 414-425.
- Nahrowi, R. 2017. Sintesis Mikro Selulosa-Poli Asam Laktat sebagai Bahan Enkapsulasi Obat Antituberkulosis. *Tesis*. Bandar Lampung: Universitas Lampung.
- Park, K., Yeo, Y. 2007. Microencapsulation Technology in: Encyclopedia of Pharmaceutical Technology 3<sup>rd</sup> Edition. New York: Informas Healthcare USA, Inc. <https://doi.org/10.1081/E-EPT-120028567>
- Purnomo, W., Khasanah, L. U., Anandito, B. K. 2014. Pengaruh Rasio Kombinasi Maltodekstrin, Karagenan dan Whey Terhadap Karakteristik Mikroenkapsulan Pewarna Alami Daun Jati (*Tectona grandis* L. F.). *Jurnal Aplikasi Teknologi Pangan* 3(3) : 121–129.
- Putri, A., Rusli, M. S., Setyaningsih, D. 2020. Enkapsulasi Campuran Minyak Atsiri sebagai Produk Sediaan Aromaterapi dengan Teknik Koaservasi Kompleks. *Jurnal Teknologi Industri Pertanian* 30(3): 299–307. <https://doi.org/10.24961/j.tek.ind.pert.2020.30.3.299>.
- Putri, V. D. D. 2016. Fatty Acid Functional Group of Packaging Frying Oil and Bulk Frying Oil and Effect of Repeated Heating. *Skripsi*. Program Studi Teknik Fisika Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh November.
- Rachmatillah, A., Hasni, D., Aisyah, Y. 2021. Uji Aktivitas Antioksidan Minyak Sereh Wangi (*Cymbopogon nardus* (L.) Rendle), Minyak Nilam (*Pogostemon cablin* Benth.) dan Minyak Pala (*Myristica fragrans* Houtt.) *Jurnal Ilmiah Mahasiswa Pertanian* 6 (4): 442-446.
- Shetta, A., Kegere, J., Mamdouh, W. 2019. Comparative Study of Encapsulated Peppermint and Green Tea Essential Oils in Chitosan Nanoparticles: Encapsulation, thermal stability, in-vitro release, antioxidant and antibacterial activities. *International Journal of Biological Macromolecules* 126: 731–742. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.12.161>
- Supriyadi., Rujita, A. S. 2013. Karakteristik Mikrokapsul Minyak Atsiri Lengkuas Dengan Maltodekstrin Sebagai Enkapsulan. *Jurnal Teknologi dan Industri Pangan* 24(2); 201–208. <https://doi.org/10.6066/jtip.2013.24.2.201>
- Suryani, I., Wahyuni, I., Ariastika, D., Rahmanpiu. 2016. Formulasi Nanopartikel Kurkumin dengan Teknik Gelasi Ionik Menggunakan Kitosan, Tripolifosfat dan Natrium Alginat serta Uji Stabilitasnya Secara In Vitro. *Majalah Farmasi* 2(1): 17–21.
- Tang, S.Y., Shridharan, P., Sivakumar, M. 2013. Impact of Process Parameters in The Generation of Novel Aspirin Nanoemulsions - Comparative Studies Between Ultrasound Cavitation and Microfluidizer. *Ultrasonics Sonochemistry* 20(1): 485–497. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2012.04.005>
- Taurina, W., Rafika, S., Uray, C. H., Sri, W., Isnindar. 2017. Optimization of Stirring Speed and Stirring Time Toward Nanoparticle Size of Chitosan-Siam Citrus Peel (*Citrus nobilis* L.var Microcarpa) 70% ethanol extract. *Traditional Medicine Journal* 22(1): 2017.
- Ton, N. M. N., Tran, T. T. T., Le, V. V. Y, 2016. Microencapsulation of rambutan seed oil by spray-drying using different protein preparations. Microencapsulation of Rambutan Seed Oil by Spray Drying using Different Protein Preparations. *International Food Research* 23:123-128.
- Triwulandari, E., Fahmiati, S., Sampora, Y., Meliana, Y., Ghozali, M., Sondari, D. 2018. Effect of Polyanions Variation on The Particle Size of Chitosan Nanoparticle Prepared by Ionic Gelation Method. In: *AIP Conference Proceedings*. American Institute of Physics Inc. <https://doi.org/10.1063/1.5064314>