

**MIKROENKAPSULASI MINYAK DAUN JERUK NIPIS (*Citrus
aurantifolia*) DENGAN MATRIKS MALTODEXTRIN
MENGUNAKAN METODE *FREEZE-DRYING***

SKRIPSI

**Diajukan untuk memenuhi salah satu mencapai
Gelar Sarjana Sains (S.Si) pada Program Studi Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia
Yogyakarta**



Diajukan oleh :

Aulia Arif Perdana

NIM : 13612015

PROGRAM STUDI KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

YOGYAKARTA

2020

MIKROENKAPSULASI MINYAK DAUN JERUK NIPIS (*Citrus aurantifolia*) DENGAN MATRIKS MALTODEXTRIN MENGGUNAKAN METODE *FREEZE-DRYING*

SKRIPSI

Diajukan oleh:

AULIA ARIF PERDANA

No. Mahasiswa : 13612015

Telah dipertahankan dihadapan Panitia Pengujian Skripsi Prodi Ilmu Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Islam Indonesia

Yogyakarta, 04 November 2020

Dewan penguji

1. Dr. Dwiarso Rubiyanto, M.Si
2. Amri Setyawati, S.Si., M.Sc.
3. Dr. Noor Fitri, M.Si..
4. Imam Sahroni, S.Si., M.Sc.

Tanda tangan



Mengetahui,

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia




Prof. Riyanto, S. Pd., M.Si., Ph.D

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama : Aulia Arif Perdana

NIM : 13612015

Program Studi : Kimia

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Dengan ini menyatakan bahwa skripsi Saya dengan judul mikroenkapsulasi minyak daun jeruk nipis (*citrus aurantifolia*) dengan matriks maltodextrin menggunakan metode *freeze drying* bersifat asli dan tidak berisi material yang telah diterbitkan sebelumnya kecuali referensi yang disebutkan didalam skripsi ini. Apabila terdapat kontribusi dari penulis lain, maka penulis tersebut secara eksplisit telah disebutkan didalam skripsi ini. Apabila kemudian hari ditemukan ketidaksesuaian dengan pernyataan ini, maka saya bersedia dituntut dan diproses sesuai dengan ketentuan yang berlaku.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan sesungguhnya dan penuh tanggung jawab.

Yogyakarta, 04 November 2020

Yang menyatakan


Aulia Arif Perdana
13612015



KATA PENGANTAR

Assalamualaikum Wr. Wb

Puji syukur kehadirat Allah SWT atas limpahan rahmat dan karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan baik dan lancar dengan judul **NANO-ENKAPSULASI MINYAK DAUN JERUK NIPIS (*Citrus aurantifolia*) DENGAN MATRIKS MALTODEXTRIN MENGGUNAKAN METODE *FREEZE DRYING*** untuk memenuhi syarat menyelesaikan studi dalam rangka memperoleh gelar Sarjana Strata Satu pada Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam di Universitas Islam Indonesia.

Penghargaan dan terimakasih yang setulus-tulusnya kepada Orang Tua dan adik saya tercinta yang telah mencurahkan segenap cinta dan kasih sayang serta perhatian moril maupun materiil. Semoga Allah SWT senantiasa melimpahkan rahmat, kesehatan, karunia dan keberkahan di dunia dan diakhirat kelak atas budi baik yang telah diberikan kepada penulis. Penulis juga berterimakasih kepada :

1. Allah SWT yang senantiasa memberikan rahmat, nikmat, petunjuk dan hidayah-Nya, serta kemudahan serta kesabaran dalam setiap pekerjaan sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dan penulisan serta sebaik-baiknya.
2. Bapak Prof. Riyanto, Ph.D selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.

3. Ibu Prof. Dr. Is Fatimah Selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
4. Bapak Dr. Dwiarso Rubiyanto selaku ketua Program Studi Ilmu Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia dan pembimbing yang telah memberikan arahan, bimbingan serta motivasi selama proses penulisan skripsi.
5. Ibu Amri Setyawati. S.Si., M.Sc, selaku pembimbing 2 yang telah memberikan arahan, bimbingan dan motivasi selama proses penulisan skripsi ini
6. Seluruh keluarga dan saudara yang selalu memberikan semangat dan motivasinya untuk bisa menyelesaikan proposal skripsi ini.
7. Teman-teman seperjuangan Nining, Yudi dan seluruh teman-teman angkatan 2013 yang tidak bisa saya sebutkan satu persatu yang memotivasi dan menginspirasi

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan Skripsi ini masih jauh dari kata sempurna karena masih banyak kekurangan yang ada pada penulis. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi penulis dan pembaca.

Yogyakarta, 30 September 2020

Penulis

Aulia Arif Perdana

NIM 13612015

MIKROENKAPSULASIMINYAK DAUN JERUK NIPIS (*Citrus aurantifolia*) DENGAN MATRIKS MALTODEXTRIN MENGGUNAKAN METODE *FREEZE DRYING*

INTISARI

AULIA ARIF PERDANA

NIM : 13612015

Penelitian yang telah dilakukan dengan metode mikroenkapsulasi dari minyak atsiri daun jeruk nipis dengan menggunakan matriks penyalut maltodextrin. Penelitian ini adalah untuk mengetahui sifat karakteristik fisik dan kimia mikroenkapsulasi yang dihasilkan melalui metode *freeze drying* yang optimal. Ekstraksi minyak daun jeruk nipis dilakukan dengan distilasi kukus. Hasil rendemen minyak daun jeruk nipis yang didapatkan adalah 0,2116%. Dianalisis menggunakan GC-MS dan didapatkan kandungan terbesarnya adalah Citral 36,46% dan Limonene 19,64%. Minyak daun jeruk nipis selanjutnya dibuat enkapsulasi dengan penyalut maltodextrin menggunakan metode pengeringan *freeze drying* dengan perbandingan minyak : penyalut = 3,5:2. Kemudian dianalisis menggunakan PSA dan ukuran partikel yang didapatkan dari hasil analisis yaitu 455,3 nm yang menunjukkan ukuran pada penelitian ini masih dalam ukuran mikro. Selanjutnya dilakukan analisis menggunakan SEM untuk mengetahui morfologi dan karakteristik dari permukaan sampel. Dinyatakan dalam hasil analisis SEM yaitu telah adanya suatu interaksi antara maltodextrin sebagai penyalut dengan minyak daun jeruk nipis.

Kata kunci : nano enkapsulasi, minyak daun jeruk nipis, maltodextrin , *freeze drying*

**MICROENCAPSULATION OF (*Citrus aurantifolia*) LEAF WITH
MALODEXTRINE MATRIX USING *FREEZE DRYING METHOD***

ABSTRACT

AULIA ARIF PERDANA

NIM : 13612015

. Research on lime leaf oil microencapsulation with maltodextrin coating has been done. The purpose of this study was to determine the physical and chemical characteristics of the microencapsulation produced by the optimal freeze drying method. The extraction of lime leaf oil was carried out by steaming distillation. The yield of lime leaf oil obtained was 0.2116%. Analyzed using GC-MS and obtained the largest content is Citral 36.46% and 19.64% Limonene. The lime leaf oil was then encapsulated with maltodextrin coating using the freeze drying drying method with the oil: coating ratio = 3.5: 2. Then analyzed using PSA and the particle size obtained from the results of the analysis is 455.3 nm, which shows that the size in this study is still in micro size. Then analyzed using SEM to determine the surface characteristics of the sample. SEM analysis also states that there has been an interaction between lime leaf oil and maltodextrin as a coating agent.

Keyword : nanoencapsulation, *citrus aurantifolia*, maltodextrine

DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN	ii
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	iii
KATA PENGANTAR.....	ii
INTISARI	iv
ABSTRACT	v
DAFTAR ISI.....	vi
DAFTAR TABEL	ix
DAFTAR GAMBAR.....	x
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah.....	4
1.3 Tujuan	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	6
2.1 Daun Jeruk Nipis.....	6
2.2 Nanoenkapsulasi Minyak Atsiri.....	7
BAB III DASAR TEORI	10
3.1 Karakteristik Minyak Daun Jeruk Nipis	10
3.2 Bahan Penyalut Enkapsulasi.....	10
3.3 Nanoenkapsulasi.....	12
3.4 Freeze-Drying	13
3.5 <i>Particle Size Analyzer</i> (PSA).....	16
3.6 <i>Scanning Eletron Mikroskopy</i> (SEM)	17

3.7	<i>Gas Chromatography (GC)</i>	21
	<i>Gas Chromatography Mass Spectrometry (GC-MS)</i>	22
BAB IV METODOLOGI PENELITIAN		25
4.1	ALAT	25
4.2	BAHAN	25
4.3	CARA KERJA	25
4.3.1	Distilasi Minyak Daun Jeruk Nipis	26
4.3.2	Nanoenkapsulasi Minyak Daun Jeruk Nipis	26
4.3.3	Pengujian SEM	26
4.3.4	Pengujian PSA	27
BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN		28
5.1	Ekstraksi Minyak Daun Jeruk Nipis	28
5.2	Nanoenkapsulasi Minyak Daun Jeruk Nipis dengan Penyalut Maltodextrin	29
5.3	Analisis Ukuran Partikel Menggunakan PSA	31
5.4	Karakterisasi Nanoenkapsulasi Minyak Daun Jeruk Nipis	32
5.5	Morfologi Nanoenkapsulasi Minyak Daun Jeruk Nipis	34
BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN		37
6.1	Kesimpulan	37
6.2	Saran	37
DAFTAR PUSTAKA		1
Lampiran		42



DAFTAR TABEL

Tabel 1 Perbedaan metode dan mutu produk antara pengeringan konvensional dengan pengeringan beku	15
Tabel 2 Variasi antara maltodextrin dengan minyak daun jeruk nipis	29
Tabel 3 Komponen terbesar minyak daun jeruk nipis setelah melalui proses enkapsulasi	33



DAFTAR GAMBAR

Gambar 1 Skema Instrumen SEM.....	21
Gambar 2 Skema umum alat GC.....	22
Gambar 3 Skema kerja GC-MS.....	24
Gambar 4 Minyak daun jeruk nipis setelah melalui proses freeze drying.....	31
Gambar 5 Grafik PSA nanoenkapsulasi minyak atsiri daun jeruk nipis	32
Gambar 6 Kromatogram GC-MS minyak atsiri daun jeruk nipis setelah melalui proses enkapsulasi.....	33
Gambar 7 Kromatogram GC-MS minyak atsiri daun jeruk nipis	33
Gambar 8 Hasil SEM nanoenkapsulasi minyak daun jeruk nipis.	35



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Minyak atsiri adalah suatu kumpulan dari zat pada tanaman yang memiliki aroma yang khas berbentuk cair dan memiliki sifat volatil (Hamid et al. 2011). Minyak atsiri jeruk nipis banyak dimanfaatkan dalam berbagai bidang dan dapat digunakan sebagai antimikrobia, berupa bakteri maupun jamur (Yuharmen et al. 2002), sebagai bahan farmasi, kuliner, dan kosmetik (Chudiwal et al. 2010). Meskipun sudah banyak digunakan dalam berbagai bidang, minyak atsiri masih rentan terhadap oksidasi, suhu tinggi, kelembaban, dan sinar UV (Petrovic et al. 2010 dan Calvo et al. 2012) sehingga diperlukannya solusi untuk dapat mengatasi permasalahan tersebut. Kerusakan oksidatif antara lain dapat menyebabkan terbentuknya rasa dan aroma yang tidak sedap, stabilitas umur penyimpanan turun dan mengalami penurunan sifat sensorik (Velasco et al. 2003).

Minyak atsiri memiliki kegunaan yang sangat banyak, tergantung dari jenis tumbuhan yang diambil hasil sulungnya. Diantaranya sebagai bahan industri kosmetik, minyak wangi, kesehatan dan pengontrol organisme pengganggu tanaman. Minyak atsiri juga digunakan sebagai kandungan dalam pemberi rasa makanan dan aroma (*flavour and fragrance ingediens*). Minyak atsiri juga digunakan pada bahan parfum sebagai aroma untuk memberikan bau harum yang khas dan berguna untuk meminimalisir bau yang tidak sedap. Industri makanan juga menggunakannya sebagai perasa dan penyedap dalam makanan. Pada industri farmasi minyak atsiri digunakan sebagai obat anti infeksi, anti radang dan anti nyeri. Pada industri aromatherapy juga menggunakan minyak atsiri, yaitu memanfaatkan suatu aroma tertentu sebagai penyembuhan yang dimiliki oleh bagian dari suatu tanaman untuk salah satu pengobatan alternatif (Nugraha, 2008). Banyaknya manfaat dari minyak esensial tersebut akan terbuang banyak apabila minyak atsiri mudah sekali ter volatil dan mudah

hilang, maka diperlukannya langkah untuk menutupi atau membungkus senyawa aktif yang terdapat pada minyak atsiri supaya tidak mudah teruap.

Tanaman jeruk nipis adalah salah satu tanaman penghasil minyak atsiri (Astarini et al, 2009/2010). Minyak atsiri yang dihasilkan oleh tanaman yang berasal dari genus Citrus sebagian besar terdapat senyawa terpen, siskuiterepen, siskuiterepen alifatik, turunan hidrokarbon teroksidasi, dan hidrokarbon aromatik. Komposisi senyawa yang terdapat di dalam minyak atsiri yang dihasilkan dari buah tanaman jeruk diantaranya adalah limonen, sitronelal, geraniol, linalol, α -pinen, mirsen, β -pinen, sabinen, geraniol asetat, geraniol, β -kariofilen, dan α -terpineol (Asnaashari, 2010).

Minyak atsiri yang dihasilkan dari tanaman jeruk nipis memiliki manfaat dalam industri kimia parfum, pada industri makanan aroma jeruk digunakan pada makanan dan minuman, serta pada bidang medis digunakan sebagai antioksidan dan anti kanker (Razak et al, 2013).

Enkapsulasi merupakan salah satu teknologi yang sedang berkembang. Enkapsulasi merupakan teknik proses pengemasan bahan inti (bisa berupa partikel padat, cair atau gas) di dalam suatu bahan sekunder pembungkus (dinding) untuk mempertahankan bahan inti dari kehilangan *flavour*. Bahan pelapis atau juga dikenal sebagai kulit, dinding, atau membran merupakan polimer yang memiliki kemampuan untuk membentuk suatu dinding tipis, bahan yang digunakan sebagai penyalut sangat penting diperhatikan (Cevallos, 2010).

Maltodekstrin sering digunakan karena memiliki sifat sebagai penyalut yang baik karena kemampuannya dalam membentuk emulsi dan viskositasnya yang rendah (Khrisnan et al. 2005 dan Laohasongkram et al. 2011). Selain itu, maltodekstrin ini banyak digunakan karena mudah ditemukan, mudah dalam penanganan proses (Moore et al. 2005), dapat mengalami dispersi yang cepat, memiliki kelarutan yang tinggi, mampu membentuk matrik kemungkinan

terjadinya pencoklatan rendah, mampu menghambat kristalisasi, memiliki daya ikat kuat, viskositas rendah dan stabil pada emulsi minyak dalam air (Dickinson, 2003). Gharsallaoui et al. (2007) menambahkan bahwa maltodekstrin mempunyai kemampuan yang baik dalam menghambat reaksi oksidasi sehingga mikrokapsul yang dihasilkan mempunyai umur simpan yang lebih baik daripada menggunakan gum arab.

Ada beberapa teknik yang digunakan dalam proses nanoenkapsulasi. Pemilihan proses berdasarkan pada sensitivitas bahan aktif, sifat fisik dan kimia baik bahan aktif maupun lapisan kulit, ukuran mikrokapsul yang diinginkan, tujuan aplikasi bahan, mekanisme pelepasan bahan aktif, dan alasan ekonomi. Teknik enkapsulasi menggunakan teknologi yang canggih seperti teknik *spray-chilling*, *freeze-drying*, *melt extrusion* dan *melt injection* (Zuidam, 2010). Metode fisik dari mikroenkapsulasi meliputi *spray drying*, *spray cooling/chilling*, *freeze drying*, *spinning disk*, *fluidized bed*, *extrusion* dan *co-crystallization*. Proses nanoenkapsulasi secara kimia adalah *interfacial polymerization*. Proses nanoenkapsulasi baik secara fisik maupun kimia diantaranya *coaservation*/fase pemisahan, enkapsulasi molekular, dan *liposome entrapment*. Pada proses enkapsulasi terdapat tata cara yang perlu dilakukan. Teknologi yang sering digunakan *Coacervation*. Teknologi ini digunakan karena harganya yang murah serta cukup sederhana. Oleh karena itu untuk memperoleh hasil enkapsulasi yang baik perlu dipelajari bagaimana tahapan atau proses enkapsulasi secara baik dan benar, sehingga akan diperoleh hasil enkapsulan yang baik pula tentunya.

Dalam dekade terakhir, berkembang suatu ilmu yang cukup populer yaitu nanoteknologi. Tahun 1974, Norio Taniguchi seorang peneliti Jepang menemukan istilah nanoteknologi. Nanoteknologi merupakan teknologi yang mampu mengerjakan dengan ketepatan lebih kecil dari satu mikrometer (seperjuta meter) yakni dalam skala nanometer (sepermiliar meter), dengan aplikasi yang sangat luas melingkupi hampir diseluruh kehidupan manusia. Secara umum, penerapan nanoteknologi di industri dapat ditemui di berbagai

sektor, diantaranya pada pemantauan kualitas, pengolahan produk, dan pengemasan. Nanoteknologi merupakan pemanfaatan dan pengembangan manipulasi yang telah menghasilkan berbagai aplikasi dalam bidang industri diantaranya yaitu nanoenkapsulasi.

Nanoenkapsulasi adalah teknologi untuk melindungi suatu zat dalam ukuran kecil yang mengacu dalam kemasan bioaktif pada kisaran nano yakni 10-9nm. Nanoenkapsulasi dapat memberikan solusi atas permasalahan tersebut. Nanoenkapsulasi merupakan suatu metode untuk melindungi material aktif dengan cara mengubah bentuk cair ke padatan dengan melindungi inti dari kehilangan aroma (Soottitantawat et al. 2003; Gharsallaoui et al. 2007; Marcuzzo et al. 2010; dan Nedovic et al. 2011). Dalam proses mikroenkapsulasi, jenis penyalut yang digunakan merupakan hal yang sangat penting. Bahan yang digunakan adalah gum arabic, maltodextrin, dan pati.

Berdasarkan latar belakang dilakukan penelitian dengan judul Nanoenkapsulasi Dari Minyak Daun Jeruk Nipis (*Citrus Aurentifollia*) Dengan Matriks Maltodextrin Menggunakan Metode *Freeze Drying*.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang masalah dirumuskan suatu permasalahan sebagai berikut :

- a. Bagaimana pengaruh rasio antara penyalut terhadap hasil nano enkapsulasi minyak atsiri daun jeruk nipis ?
- b. Bagaimana karakteristik sifat fisika dan sifat kimia serta gambaran permukaan dari produk mikroenkapsulasi minyak daun jeruk nipis dengan penyalut maltodextrin ?

1.3 Tujuan

- a. Mengetahui pengaruh rasio antara penyalut dan minyak daun jeruk nipis terhadap hasil nano enkapsulasi minyak atsiri daun jeruk nipis
- b. Mengetahui karakteristik sifat fisika dan sifat kimia serta gambaran permukaan dari produk mikroenkapsulasi minyak daun jeruk nipis dengan penyalut maltodextrin

1.4 Manfaat

Manfaat yang ingin dicapai dalam penelitian ini adalah untuk mengembangkan metode dalam proses pembuatan nano enkapsulasi minyak atsiri daun jeruk nipis *freeze drying* dengan menggunakan bahan penyalut pati



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Daun Jeruk Nipis

Jeruk nipis merupakan tumbuhan berjenis perdu karena memiliki banyak ranting dan dahan. Pada bagian daun, banyak menghasilkan senyawa kimia yang memiliki banyak, seperti asam sitrat, asam amino (Triptofan, lisin), minyak atsiri, damar, glikosida, asam sitrun, lemak kalsium, fosfor, besi, belerang, vitamin B dan C. Selain itu, senyawa saponin dan flavonoid juga dihasilkan oleh daun jeruk nipis (Anonim³, 2010).

Tanaman jeruk nipis memiliki manfaat sebagai pengobatan di setiap bagian tanamannya, seperti pada batang, bunga, buah, dan daunnya. Getah pada jeruk nipis bermanfaat sebagai obat radang tenggorokan apabila ditambah sedikit garam. Buah jeruk nipis dapat menurunkan demam, sebagai obat batuk, meredakan dahak, anti ketombe pada rambut, influenza, antiseptik, dan penyembuh jerawat (Kharismayanti, 2015).

Daun jeruk nipis menghasilkan berbagai senyawa kimia yang sangat berguna, contoh asam sitrat, asam amino, minyak atsiri, damar, glikosida, asam sitrun, C D A B 11 lemak, kalsium, fosfor, besi, belerang vitamin B1 dan C (Lauma dkk., 2015). Senyawa bioaktif juga banyak terkandung pada daun, contoh alkaloid, flavonoid, terpenoid, saponin, tanin, dan steroid. Senyawa-senyawa tersebut bermanfaat sebagai penghambat jalan pertumbuhan bakteri dengan masing-masing mekanisme hambatnya, yang dapat menyebabkan daun jeruk nipis memiliki sifat anti bakteri, yaitu dengan cara memberikan kerusakan pada dinding sel, merusak membran sitoplasma sel, merubah struktur molekul protein dan asam nukleat, enzim bakteri yang bekerja dihambat laju perkembangannya (Pelczar dan Chan, 1986). Senyawa fenol dan flavonoid juga bermanfaat sebagai antioksidan (Fajarwati, 2013). Daun jeruk nipis memiliki kelebihan sebagai obat malaria, sedangkan cairannya bisa menjadi obat demam yang ditandai dengan jaundice (munculnya sedikit warna

kuning pada bagian kulit dan bagian putih mata karena pengaruh pigmen empedu yang tinggi), radang tenggorokan, dan dapat menghilangkan sakit kepala (Kharismayanti, 2015).

2.2 Nanoenkapsulasi Minyak Atsiri

Minyak atsiri dapat mengalami perubahan kimia yang signifikan selama penyimpanan akibat volatilitas yang tinggi dan dekomposisi karena kontak langsung dengan panas, kelembaban, cahaya, atau oksigen. Isomerisasi, siklisasi, dehidrogenasi, atau reaksi oksidasi yang dipicu baik enzimatik atau kimiawi dapat menyebabkan degradasi konstituen (Scott, 2005).

Menurut penelitian (Kumar, 2000) enkapsulasi dapat meningkatkan stabilitas fisik dari minyak atsiri sehingga melindungi minyak atsiri dari interaksi dengan lingkungan. Enkapsulasi juga menghasilkan volatilitas dan toksisitas yang lebih rendah, meningkatkan bioaktivitas. Kondisi selama proses dan penyimpanan dari bahan tanaman, selama distilasi pada saat ekstraksi minyak atsiri, penanganan dan penyimpanan selanjutnya sangat mempengaruhi laju reaksi degradasi (Schweiggert et al., 2007). Pengetahuan spesifik dari komposisi kimia dan sifat dari minyak atsiri merupakan hal mendasar untuk penggunaan minyak atsiri lebih lanjut (Turek dan Stintzing, 2013). Nanoenkapsulasi minyak atsiri juga membantu melindungi dan mengontrol perilisan ke dalam jaringan, dan penyerapannya ke dalam sel, karena ukurannya yang nano serta melindungi baik pada tingkat ekstraseluler maupun intraseluler. Nanokapsul dapat dibuat dengan berbagai macam dan desain (Scott, 2005).

Menurut Desmawarni (2007) bahan penyalut merupakan sebuah material yang memiliki fungsi sebagai penyalut bahan inti dalam proses enkapsulasi. Bahan tersebut memiliki peran penting pada proses enkapsulasi minyak atsiri, karena memiliki tugas sebagai pelindung minyak dan mengendalikan senyawa aktif yang terlepas dari minyak tersebut. Memilih penyalut harus sangat menyesuaikan dengan sifat minyak yang akan dibungkus pada proses yang diinginkan dalam enkapsulasi akhir. Pada intinya, bahan memiliki sifat mudah larut dalam air, *biodegradable*, memiliki daya viskositas yang rendah,

membentuk produk hasil serbuk dengan sifat tertentu (tidak bersifat higroskopis, tidak berpori, mudah larut, stabil dan lain-lain), murah mudah dikeringkan dan tidak reaktif (Martin et al., 2010).

Karbohidrat digunakan sebagai komponen dinding atau penyalut didalam proses enkapsulasi dengan metode *freeze drying* pada makanan. Kemampuan karbohidrat seperti patipatian, maltodextrin, starch , gumarabic sebagai pengikat rasa pada makanan karena banyak jenisnya, ekonomis dan sering menjadi bahan utama pada proses enkapsulasi. Selain itu, bahanbahan ini mempunyai kelebihan seperti daya viskositas yang rendah pada padatan isi tinggi dan mudah larut dalam air (Medene et al., 2006).

Nanoenkapsulasi dari minyak atsiri dapat membantu dalam keberkelanjutan dalam kontrol rilis, pelepasan hingga ke jaringan dalam membantu penyerapan seluler karena ukurannya yang nano dapat melindungi minyak atsiri baik pada tingkat intraseluler maupun ekstraseluler (Grupta, dkk, 2005). Nanoenkapsulasi dapat dibuat dengan berbagai bahan dan desain yaitu enkapsulasi berbasis polimer, enkapsulasi berbasis lipid dan enkapsulasi kompleks inklusi. Keunggulan dari metode nanoenkapsulasi adalah memberikan stabilitas yang baik, mencegah degradasi, mempermudah pengolahan, mengubah bentuk cair ke bentuk bubuk, membantu meningkatkan aktivitas antibakteri, meningkatkan penyerapan dalam tubuh, dan meningkatkan bioaktivitas.



BAB III DASAR TEORI

3.1 Karakteristik Minyak Daun Jeruk Nipis

Jeruk nipis (*Citrus aurantifolia*, Swingle) adalah sebuah tanaman yang menghasilkan senyawa limonene dan linalool yang besar, senyawa lain yang dihasilkan yaitu flavanoid berupa poncirin, hisperidine, rhoifolin, dan naringin. Buah yang sudah matang menghasilkan senyawa synephrine dan N-methyltryramine. Selain itu jeruk nipis juga menghasilkan produk seperti vitamin A, vitamin B, dan vitamin C, asam sitrat, kalsium, fosfor, besi (Dalimartha, 2000). Eugenol, linalool, dan geraniol merupakan senyawa yang berfungsi sebagai anti serangga dikenal sebagai zat penolak serangga (Kardian, 2003). Manfaat dari kulit buah jeruk nipis adalah sebagai anti nyamuk dikarenakan zat yang dimiliki mengandung salah satu dari zat penolak nyamuk.

3.2 Bahan Penyalut Enkapsulasi

Bahan penyalut adalah jenis bahan yang memiliki manfaat sebagai penyalut bahan inti (material aktif) pada proses enkapsulasi (Desmawarni, 2007). Bahan penyalut memberikan peran yang sangat penting pada proses enkapsulasi minyak atsiri, karena memiliki fungsi dengan melindungi minyak dan dapat mengendalikan senyawa aktif yang lepas dalam minyak tersebut. Memilih penyalut harus sangat menyesuaikan dengan sifat minyak yang akan dibungkus pada proses yang diinginkan dalam enkapsulasi akhir. Sederhananya, bahan penyalut memiliki sifat mudah larut dalam air, *biodegradable*, memiliki daya viskositas yang rendah dan serbuk yang dihasilkan memiliki sifat tertentu (tidak bersifat higroskopis, tidak berpori, mudah larut, stabil dan lain-lain), ekonomis, mudah dikerinkan dan tidak reaktif. Gum, jenis-jenis pati, natrium kaseinat dan polimer-polimer merupakan produk bahan penyalut yang biasanya digunakan dalam enkapsulasi (Martin et. al., 2010).

Menurut (Demand, 1993) maltodekstrin adalah produk yang dihasilkan dari proses hidrolisa pati dengan bantuan enzim maupun asam, yang biasanya terdiri dari campuran glukosa, maltosa, oligosakarida, dan dekstrin. Karakteristik yang dimiliki oleh olahan hasil hidrolisis enzimatis pati meliputi tidak higroskopis, dapat meningkatkan viskositas pada produk, memiliki daya rekat, dan ada yang mudah larut dalam air seperti laktosa (Anonim, 2006). Maltodekstrin merupakan produk yang dihasilkan dari proses hidrolisis pati yang tidak sempurna atau disebut hidrolisis parsial, yang terbentuk dari campuran gulagula dalam ikatan sederhana (mono- dan disakarida) dalam bagian yang kecil, oligosakarida memiliki rantai yang pendek dalam jumlah yang tinggi serta jumlah kecil oligosakarida yang memiliki rantai panjang(Luthana, 2008).

Maltodekstrin adalah turunan pati yang didapatkan melalui proses hidrolisis parsial dari enzim α -amilase yang nilai Dextrose Equivalent (DE) adalah kurang dari 20. Maltodekstrin memiliki tekstur mouthfeel yang lembut dan mudah dicerna. kandungan gula pereduksi hanya memberi gambaran tentang Harga DE (Dextrose Equivalent). Pada proses hidrolisis sempurna (pati mengalami konversi dekstrosa seluruhnya) memiliki DE bernilai 100 sedangkan DE pati yang tidak terhidrolisis bernilai 0. Maltodekstrine memiliki nilai DE sekitar antara 3 – 20. Maltodekstrin dengan DE yang rendah bersifat non-higroskopis, DE yang rendah ditunjukkan dengan kecenderungan penyerapan uap air yang rendah. Bahwasannya DE tinggi cenderung menyerap air (higroskopis) adalah sifat maltodekstrin (Luthana, 2008). Perubahan pada nilai DE akan memberikan karakteristik yang berbedabeda. Peningkatan warna, sifat higroskopis, plastisitas, rasa manis dan kelarutan merupakan peningkatan dari nilai DE (Kuntz, 1997).

Maltodextrin memiliki rumus umum yaitu $[(C_6H_{10}O_5)_nH_2O]$ (Luthana, 2008). Maltodekstrin diperoleh dari hidrolisis enzim pada pati. Enzim tersebut diperlukan sebagai pemutus rantai ikatan α -(1,4)-D-glukosa senyawa yang dimiliki pati (Moore, et al., 2005). Maltodekstrin adalah sebuah produk

hidrolisis parsial, sehingga likuifikasi merupakan proses hidrolisis akhirnya. Pada proses tersebut akan terjadi pemecahan ikatan α -(1,4)-D-glikosidik dengan enzim α -amylase pada bagian dalam rantai senyawa polisakarida sehingga menghasilkan maltosa, glukosa, α - limit dekstrin dan maltodextrin. Enzim α -amylase adalah suatu enzim yang memproduksi oligosakarida dari konfigurasi alfa yang memutus ikatan α -(1,4)-D-glikosidik pada amilosa dan amilopektin dengan menghidrolisis secara khas melewati bagian dalam. Ikatan α -(1,6)-D-glikosidik tidak dapat diputus oleh α -amylase, namun dapat dibentuk sehingga menjadi cabang-cabang yang lebih pendek (Anonim, 2006). Maltodekstrin harus memiliki syarat yang tetap berupa susut pengeringan < 6%, sisa pemijaran < 0,5% dan pH antara 4-7. Maltodekstrin memiliki banyak aplikasi seperti pati, karena maltodekstrin adalah suatu material pengental sekaligus dapat sebagai emulsi. Maltodekstrin memiliki kelebihan yaitu dapat mudah larut menggunakan air dingin, selain itu maltodekstrin memiliki kelebihan oligosakarida yang tergolong dalam prebiotik (Luthana, 2008). Contoh pada minuman susu bubuk, minuman sereal dan dan probiotik merupakan aplikasi dari maltodextrin.

Maltodekstrin memiliki sifat dapat mengalami daya larut yang tinggi, membentuk lapisan film, memiliki higroskopis yang rendah, kecoklatan yang rendah, memiliki daya ikat yang kuat serta dapat menghambat proses kristalisasi. Maltodekstrin adalah jenis bahan pengganti lemak yang berbasis karbohidrat sehingga dapat diaplikasikan seperti es krim dengan produk *frozen desert*, yaitu berfungsi sebagai pembentuk padatan, meningkatkan daya viskositas, memberikan tingkat kekentalan, dan memberikan tingkatan pada tekstur (Luthana, 2008).

3.3 Nanoenkapsulasi

Pengertian enkapsulasi secara umum adalah suatu teknik penyalutan bahan yang menyebabkan bahan yang tersalut dapat terlindung dari pengaruh lingkungan. Bahan penyalut disebut enkapsulan sedangkan yang dilindungi

disebut *core material* (Young et al., 1993). Enkapsulasi adalah pembentukan kapsul yang menyelubungi probiotik dari kondisi lingkungan yang ekstrim (Victor dan Heldman, 2001). Enkapsulasi dapat meningkatkan viabilitas bakteri probiotik dibandingkan dengan sel bebas tanpa enkapsulasi. Bahan-bahan yang dapat digunakan sebagai enkapsulan adalah lemak, lilin, turunan gliserol, gula, dan pati alami (Vidyalakshmi et al., 2009)

3.4 Freeze-Drying

Freeze drying adalah salah satu alat untuk mengeringkan yang terdapat dalam bagian *Conduction Dryer/Indirect Dryer* karena proses perpindahan terjadi karena bahan basah yang akan dikeringkan terdapat dinding pembatas pada media pemanas secara tidak langsung yang mengakibatkan air yang mengalami proses penguapan akan tetap dan tidak terangkat oleh media pemanas. Hal ini menunjukkan bahwa perpindahan panas terjadi secara hantaran (konduksi), sehingga disebut juga *Conduction Dryer/ Indirect Dryer*.

Pengeringan beku (*freeze drying*) adalah sebuah metode pengeringan yang memiliki manfaat untuk meningkatkan hasil pengeringan dan kualitas daya rehidrasi untuk produk yang rentan terhadap panas. *Freeze dryer* memiliki prinsip kerja yang meliputi membekukan larutan, pembentukan serbuk Khususnya untuk larutan yang beku tersebut, mengkondisikan di dalam vakum *ultra-high* dengan temperatur yang sedang, sehingga akan berakibat bahan material tersebut mengalami penyubliman dan menghasilkan produk padat berupa serbuk.

Penentuan hasil akhir produk yang dikeringkan dapat dilihat dari proses pembekuan dari pengeringan beku. Terbentuknya kristal es terbentuk yang besar akibat pembekuan yang lambat yang terbentuk pada ruang antar sel dengan ukuran pori-pori yang besar dan ukuran pori yang dihasilkan akan berbanding lurus dengan suhu yang dihasilkan saat pembekuan (Heldman et al., 1981). Menurut (Fennema, 1964) proses laju pembekuan bahan pangan dapat dipengaruhi 4 faktor, yaitu; (1) beda suhu antara produk dengan

pendingin, (2) ukuran, bentuk dan tipe kemasan, (3) memindahkan suatu panas di dalam produk dan dari produk, (4) bentuk, ukuran dan sifat termofisik bahan yang dibekukan.

Liapis (1995) mengatakan bahwa ada tiga tahap proses pengeringan beku yaitu :

- a. Tahap pembekuan; adalah tahap dimana bahan dibekukan dengan suhu yang rendah
- b. Tahap pengeringan utama; yaitu menyublimasikan air dan pelarut yang beku. Dalam proses ini tekanan ruang harus kurang atau hampir mendekati tekanan uap kesetimbangan air pada bahan utama. Karena bahan dan larutan merupakan bahan campuran dan bukan bahan murni, maka proses pembekuan harus dibawah suhu 0°C dan yang biasanya di bawah -10°C atau lebih rendah, kemudian tekanan yang diberikan sekitar 2mmHg atau kurang. Air yang tersublimasi akan mengakhiri tahap ini.
- c. Tahap pengeringan sekunder; tahap dimana uap air yang dihasilkan saat sublimasi atau terikatnya air pada lapisan kering. Tahap pengeringan sekunder dimulai segera setelah tahap pengeringan utama berakhir.

Dalam pengeringan beku terdapat dua macam pindah panas yang dominan, yaitu pindah panas secara radiasi dan pindah panas secara konduksi, sedangkan pindah panas secara konveksi sangat kecil sehingga dapat diabaikan. Pindah panas secara radiasi berlangsung dari permukaan lapisan kering ke permukaan sublimasi.

Menurut (Harper et al., 1962), secara prinsip pada pengeringan beku, kalor yang masuk dapat mencairkan bahan yang beku, akan tetapi lapisan kering merupakan penghantar panas yang buruk (isolator), maka panas yang dihasilkan tidak mampu merambat secara sempurna. Proses pemindahan panas suatu konduksi ini terjadi dua keadaan, yaitu keadaan aliran tetap (*steady state*) dan keadaan aliran tidak tetap (*unsteady state*). Apabila panas yang masuk ke suatu material sama seperti panas yang keluar lewat uap air, maka waktu dan

kondisi akan mempengaruhi beberapa titik pada bahan pangan, yang disebut “*steady state*”. Sebaliknya jika panas yang masuk berbeda dengan panas yang keluar dan kandungan panas bahan berubah terhadap waktu, maka hal tersebut akan menunjukkan keadaan yang tidak mantap atau “*unsteady state*” (Frank, 1986).

Akan terdapat tiga lapisan pada bahan saat dilakukan proses pengeringan beku, yang pertama adalah lapisan yg berada di dalam bahan, lapisan kering yang terletak di bagian permukaan material dan lapisan transisi yang merupakan permukaan sublimasi. Selama proses tersebut, permukaan sublimasi akan mengalami pergerakan ke arah lapisan kering yang berada pada bagian luar dan berubah semakin tebal (Frank, 1986).

Metode pengeringan beku (*freeze drying*) memiliki keunggulan dalam menghasilkan kualitas pengeringan yang lebih unggul apabila membandingkannya dengan berbagai metode pengeringan lainnya (Liapis., 1995). Proses pengeringan beku terdiri dari tiga tahap, pertama berupa tahap proses pembekuan, kedua proses pengeringan primer dan terakhir proses pengeringan sekunder (Liapis et al., 1995). Kelebihan kualitas hasil pengeringan beku antara lain yaitu memiliki struktur yang mengkerut sehingga memudahkan rehidrasi yang cepat, retensi flavor tinggi karena proses pengeringan dilakukan pada temperatur rendah, namun daya hidup, dan rekonstitusi sel-sel hidup pada produk kering yang beku tetap tinggi. Keunggulan hasil produk pengeringan beku dibandingkan pengeringan konvensional dapat dilihat pada tabel 1.

Tabel 1 Perbedaan metode dan mutu produk antara pengeringan konvensional dengan pengeringan beku

Parameter	Pengeringan konvensional	Pengeringan beku
Suhu proses	100 – 200°C	Cukup rendah untuk mencegah pencairan

Produk	Kering, padat dan mengerut	Kering dan berongga
Warna	Lebih gelap	Tetap
Bau	Berubah	Tetap
Rehidrasi	Lambat dan tidak sempurna	Cepat dan lebih sempurna
Cita rasa	Berubah	Tetap
Tekanan	Atmosfer	Vakum (dibawah titik tripel air yaitu 610 Pa)
Penguapan Air	Dari permukaan bahan	Sublimasi
Stabilitas Penyimpanan	Baik	Sangat Baik
Biaya	Rendah	Tinggi

Namun metode *freeze drying* ini memerlukan biaya yang tinggi karena rendahnya laju pengeringan dan berlangsung pada kondisi hampa udara. Oleh karena itu pengeringan banyak digunakan untuk mengeringkan bahan material yang bersifat sulit kering, seperti kopi, makanan laut tertentu, buah-buahan dan obat-obatan (Liapis et al., 1995).

3.5 Particle Size Analyzer (PSA)

Salah satu metode yang paling umum digunakan dalam menganalisa gambar (mikrografi), meliputi metode mikroskopi dan holografi. Alat yang sering digunakan biasanya SEM, TEM, dan AFM. Namun seiring berjalannya perkembangan ilmu pengetahuan yang lebih mengarah pada era nanoteknologi, para peneliti menggunakan *Laser Diffraction* (LAS). Jika membandingkan antara metode *Laser Diffraction* dengan metode analisa gambar maupun metode ayakan (*steve analyzer*) maka metode *Laser Diffraction* dinilai lebih akurat untuk melakukan analisis, terutama untuk sampel-sampel dalam orde nanometer maupun submikron. Contoh alat yang menggunakan metode LAS adalah *Particle Size*

Analyzer (PSA). Alat ini menggunakan prinsip *Dynamic Light Scattering* (DLS). Metode ini juga dikenal sebagai *Quasi-Elastic Light Scattering* (QELS). Alat ini berbasis *Photon Correlation Spectroscopy* (PCS). Terdapat dua metode dalam metode LAS :

1. Metode basah : sebuah metode yang menggunakan media pendispersi sebagai mendispersikan komponen uji
2. Metode kering : sebuah metode yang memanfaatkan energi dari aliran udara untuk melarutkan partikel untuk dibawa ke *sensing zone*. Metode ini baik digunakan untuk ukuran partikel yang kasar, karena keterkaitan antar partikel lemah dan memungkinkan untuk beraglomerasi kecil.

Pengukuran partikel dengan menggunakan PSA biasanya digunakan metode basah. Karena metode ini dipercaya lebih akurat apabila dibandingkan dengan metode kering ataupun menggunakan partikel dengan metode ayakan dan analisa gambar. Yang utamanya untuk sampel dalam ukuran nanometer dan submikron yang terkadang memiliki kecenderungan aglomerasi yang tinggi. Keadaan tersebut dikarenakan partikel didispersikan ke dalam media sehingga partikel tidak saling beraglomerasi (menggumpal). Maka dari itu ukuran partikel yang terukur adalah ukuran dari single partikel. Selain itu hasil pengukuran dalam bentuk distribusi, sehingga hasil pengukuran dapat diasumsikan sudah menggambarkan keseluruhan kondisi sampel (Steven, 2001).

3.6 Scanning Electron Microscopy (SEM)

3.6.1 Pengertian

Pengertian dari *Scanning Electron Microscopy* atau biasa disebut SEM merupakan alat yang prinsip kerjanya hampir sama dengan mikroskop pada umumnya namun menggunakan elektron sebagai pengganti cahaya untuk melihat benda yang akan dianalisis dengan resolusi tinggi. Manfaat dari analisis SEM yaitu untuk mengetahui mikrostruktur (termasuk porositas dan bentuk/retakan) benda padat. Hasil dari pemancaran bekas sinar elektron yang didapatkan dari filamen yang melalui proses pemanasan disebut *electron gun*.

Metode kerja alat SEM yaitu memancarkan gelombang elektron melalui elektron gun sudah terkondensasi pada lensa kondensor dan terpusat pada lensa objektif. *Scanning coil* yang memiliki energi membawa medan magnetik untuk sinar elektron. Berkas sinar elektron yang mengenai cuplikan akan menghasilkan elektron sekunder dan kemudian dikumpulkan oleh detektor sekunder atau *detector baackscatter*. Ribuan titik menghasilkan sebuah gambar dari berbagai intensitas ke permukaan *Chattode Ray Tube*, (CRT) sebagai topografi gambar. (Kroschwitz dan Gunawan *et al.*, 2010). Pada sistem ini berkas elektron dikonsentrasikan pada spesimen, bayangannya diperbesar dengan lensa objektif dan diproyeksikan pada layar (Gabriel dan Gunawan *et al.*, 2010)

Cuplikan yang akan dianalisis dalam kolom SEM perlu disiapkan dahulu, walaupun telah ada jenis SEM yang tidak memerlukan penyepuhan (*coating*) cuplikan. Terdapat tiga tahap persiapan cuplikan. Antara lain (Gedder dan Gunawan *et al.*, 2010)

- a. Pelet dipotong menggunakan gergaji intan. Seluruh kandungan air, larutan dan semua benda yang dapat menguap apabila divakum dibersihkan
- b. Cuplikan dapat dikeringkan pada temperatur 60 °C minimal 1 jam
- c. Cuplikan non logam harus dilapisi dengan emas tipis. Cuplikan logam dapat langsung dimasukkan dalam ruang cuplikan.

Sistem pada lensa dan penyinaran SEM sama seperti mikroskop cahaya biasa. Pada pengelihatian saat menggunakan SEM yaitu lapisan pada cuplikan harus konduktif agar berkas elektron dapat dipantulkan dan dialirkan ke ground. Apabila lapisan cuplikan tidak bersifat konduktif maka perlu melapisinya dengan emas.

Pada saat lapisan konduktif terbentuk, lapisan spesimen kemudian diletakkan di sekeliling anoda yaitu tempat sampel. Ruang dalam tabung kaca dibuat mempunyai suhu rendah dengan memasang tutup kaca dan gas yang ada

dalam tabung dipompa keluar. Antara katoda dan anoda yang dipasang tegangan 1,2 kV sehingga terjadi ionisasi udara yang bertekanan rendah. Elektron bergerak menuju anoda dan ion positif dengan energi yang tinggi bergerak menumbuk katoda emas. Hal ini menyebabkan partikel emas menghambur dan mengendap dipermukaan spesimen. Pelapisan ini dilakukan selama 5 menit.

3.6.2 Cara Kerja SEM

SEM memiliki cara kerja dengan sebuah katoda tungsten mengeluarkan elektron dan mengarah ke suatu anoda. Tungsten digunakan karena memiliki titik lebur yang sangat tinggi dan tekanan uap sangat rendah dari berbagai jenis logam., sehingga dapat dipanaskan untuk keperluan pemancaran elektron. Berkas elektron yang memiliki beberapa ratus eV dipusatkan oleh satu atau dua lensa kondenser kedalam suatu berkas cahaya dengan spot 1 nm hingga 5 nm. Berkas cahaya yang memancar lewat sepasang coil scan pada lensa objektif yang kemudian dibelokkan berkas cahaya secara vertikal dan horisontal sehingga daerah permukaan sampel persegi empat dapat terbentuk.

Pada saat berkas elektron pertama mengalami interaksi dengan sampel maka energi pada elektron akan hilang karena persebaran ulang dan dengan setetes volume spesimen yang diserap yang dikenal sebagai volume interaksi yang meluas kurang 100 nm sampai sekitar 5 nm pada permukaan. Ukuran dari volume interaksi tergantung pada berkas cahaya yang mempercepat tegangan, nomor atom spesimen dan kepadatan spesimen. Energi mengalami perubahan antara berkas elektron dan hasil sampel pada emisi elektron serta radiasi elektromagnet yang dapat dilihat untuk dihasilkan suatu tampilan.

3.6.3 Bagian-bagian SEM

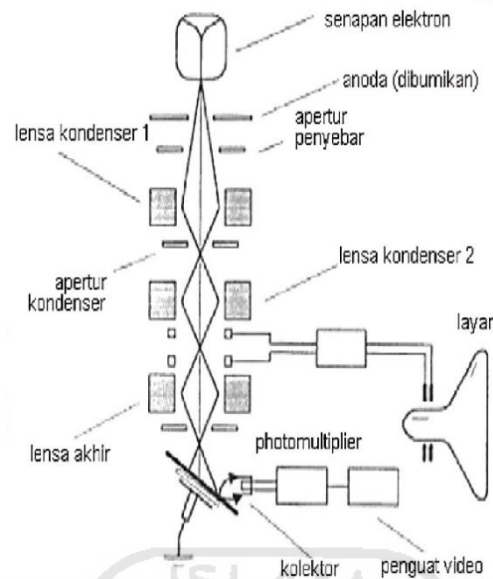
Kolom SEM terdiri dari elektron gun, 2 buah lensa kondensor, 1 buah lensa objektif, dan sistem deteksi elektron, dan 1 set deflektor, semua beroperasi di dalam vakum. Elektron gun menyediakan sumber elektron dan mempercepatnya menjadi energi antara 1-30 keV. Bagian dari sinar silang yang terkecil pada sumber dinamakan "*crossover*" diperbesar oleh sistem lensa

elektron tiga bagian, sehingga sebuah elektron dengan diameter 1-10 nm membawa arus 1-100 pA terbentuk pada permukaan spesimen. Pada arus yang lebih tinggi, 1-10 nA diameter dari elektron dapat meningkat hingga 0,1-1 μm .

Pada kebanyakan SEM, sinar berkas elektron akan muncul dari lensa akhir hingga wadah spesimen, dimana sinar tersebut berinteraksi dengan daerah dekat permukaan dari spesimen hingga kedalaman 1 μm , dan sinyal elektron yang terbentuk digunakan untuk membentuk gambar.

Sistem defleksi di depan lensa akhir mengamati elektron yang bersebrangan dengan spesimen dan beroperasi secara sinkron dengan monitor komputer atau *Cathode-ray tube* (CRT). Dua pasang dari gulungan defleksi magnet biasanya digunakan. Perbesar gambar M_1 dari spesimen ditetapkan sebagai rasio dari ukuran linear layar yang dilihat terhadap ukuran linear dari pola scan pada spesimen. Perbesaran dapat ditingkatkan secara sederhana dengan mengurangi arus dari gulungan scan, menjaga ukuran gambar pada CRT yang konstan.

Detektor elektron digunakan untuk mengumpulkan bermacam jenis sinyal yang terbentuk dari sinar primer atau interaksi spesimen, elektron yang tersebar dari beberapa kedalaman, beberapa terbebas dari permukaan. Elektron tersebar yang terbebas dari dekat permukaan spesimen dikenal sebagai elektron sekunder, dan terbentuk oleh tumbukan kaku. Elektron yang tersebar baik dari tingkat kedalam dinamakan *backscattered electrons* dan mereka terbentuk dari tumbukan yang elastis. Elektron sekunder dan *backscattered electrons*, membentuk satu sinyal yang digunakan untuk membentuk gambar SEM (Khurseed, 2011)

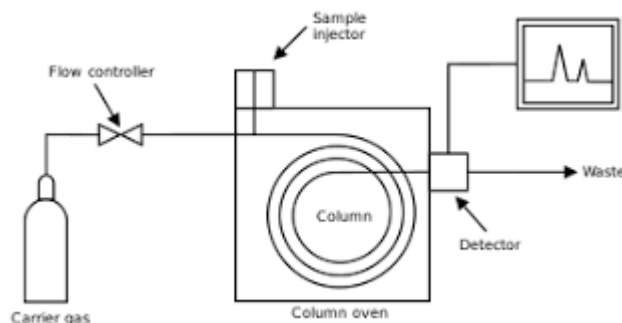


Gambar 1 Skema Instrumen SEM (Krusheed,2011)

3.7 Gas Chromatography (GC)

3.7.1 Pengertian Kromatografi Gas

Pada kromatografi gas, senyawa yang dianalisis diuapkan dan dialirkan melalui kolom yang berisi das sebagai fase gerak. Fase gerak digunakan sebagai gas pembawa, sehingga interaksi dari fase gerak dengan analit tidak signifikan. Fase diam dapat berupa padatan atau cair. Subtansi padat dapat bertindak sebagai fasa diam dimana senyawa yang dipisahkan dapat diabsorpsi. Pada praktiknya kromatografi padatan gas (*Gas-Solid Chromatography / GSC*) atau kromatografi absorpsi sangat penting digunakan untuk analisis udara. Kegunaan dari cairan sebagai fasa diam sangat baik digunakan untuk analisis senyawa organik. Ini dinamakan sebagai kromatografi cairan gas (*Gas-Liquid Chromatography / GLC*) atau kromatografi gas sederhana. Prinsip pemisahan dalam partisi dari subtansi antara fasa diam dan fasa gerak gas. Teknik kromatografi gas sangat dianjurkan untuk bahan baku yang bersifat folatil, tahan panas, alait non polar, atau analit yang terbentuk akibat adanya reaksi (Kelliner *et al.*, 2004).



Gambar 2 Skema umum alat GC (Eddideigel, 2005)

Gas Chromatography Mass Spectrometry (GC-MS)

3.7.2 Pengertian

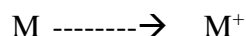
Gas Chromatography Mass Spectrometry (GC-MS) merupakan gabungan dari dua alat metode analisis yang menghubungkan untuk mengkombinasikan menjadi sebuah metode analisa campuran suatu senyawa kimia. Dengan digabungkannya dua metode ini maka dapat mengetahui secara kualitatif dan kuantitatif senyawa apa saja yang terdapat pada suatu campuran .

Kegunaan dari gas kromatografi yaitu sebagai instrumen untuk memisahkan berbagai macam material campuran yang terdapat di dalam sampel, kemudian spektrofotometer massa berfungsi untuk mendeteksi masing-masing senyawa komponen yang sudah terpisah oleh sistem kromatografi gas. Spektrofotometer massa adalah instrumen analisa yang memiliki kemampuan pengaplikasian paling luas, yang mampu digunakan untuk mendapatkan informasi tentang kandungan sampel dasar dari sebuah material utama, bentuk molekul organik, anorganik dan komposisi dari permukaan padat dan perbandingan isotropik atom-atom yang terdapat di dalam sampel (Skoog *et al.*, 1997)

3.7.3 Prinsip Dasar

Metode spektroskopi massa berdasarkan pada perubahan bagian cuplikan menjadi fase gas dan dipisahkan berdasarkan perbandingan massa terhadap berat (m/z). Apabila molekul dengan bentuk gas ditembak oleh elektron berenergi tinggi di dalam keadaan hampa akan terjadi ionisasi, ion

molekul akan terbentuk dan ion molekul yang tidak seimbang akan terpecah kemudian menjadi ukuran ion yang lebih kecil. Lepasnya elektron dari molekul akan dihasilkan radikal kation dan aktivitas ini dapat dinyatakan sebagai berikut

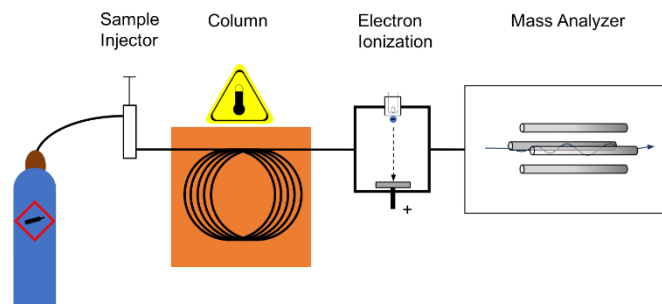


Ion molekul M^+ mengalami penguraian lagi menjadi sepasang kepingan atau fragmen yang berbentuk radikal dan ion atau molekul yang lebih kecil dari radikal kation.



Sesuai kromatogram GC-MS akan memperoleh informasi tentang jumlah senyawa yang terlihat dan dari spektra GC-MS akan memperoleh informasi struktur senyawa yang terdeteksi. Dalam kromatografi gas, fase gerak merupakan gas pembawa, biasanya suatu gas inert seperti helium atau gas yang tidak reaktif seperti nitrogen. Fase gerak akan membawa sampel melalui fase diam yang berada pada suatu kolom. Sampel dalam fase gerak mengalami interaksi dengan fase diam dengan kecepatan yang berbeda. Sangat terjadi interaksi, interaksi yg tercepat akan keluar dari kolom lebih dulu sedangkan yang lambat akan keluar paling akhir. Sinyal detektor akan memberi tanda kemudian ditampilkan dalam komputer sebagai kromatogram. Pada waktu retensi ditunjukkan pada kromatogram sumbu x, R_t (*Retention Time*, waktu saat menginjeksikan sampel sampai elusi terakhir), sedangkan intensitas sinyal ditunjukkan sumbu y. Dalam detektor selain memberikan sinyal sebagai kromatogram, komponen yang telah terpisah akan ditembak oleh elektron sehingga akan terpecah menjadi fragmen-fragmen dengan perbandingan massa dan muatan tertentu (m/z), komputer menampilkan fragmen-fragmen dengan m/z sebagai spektra massa, dimana ditunjukkan sumbu x sebagai m/z sedangkan intensitas ditunjukkan sumbu y. Dari spektra tersebut dapat mengetahui struktur susunan senyawa dengan cara dibandingkan dengan spektra massa senyawa standard dari *literature*. Pendekatan pustaka terhadap spektra massa dapat

menggunakan sebagai identifikasi apabila indeks kemiripan atau *Similarity Indeks* (SI) lebih dari 80% (Howe *et al.*, 1981).



Gambar 3 Skema kerja GC-MS (Nelson Young, 2006)



BAB IV METODOLOGI PENELITIAN

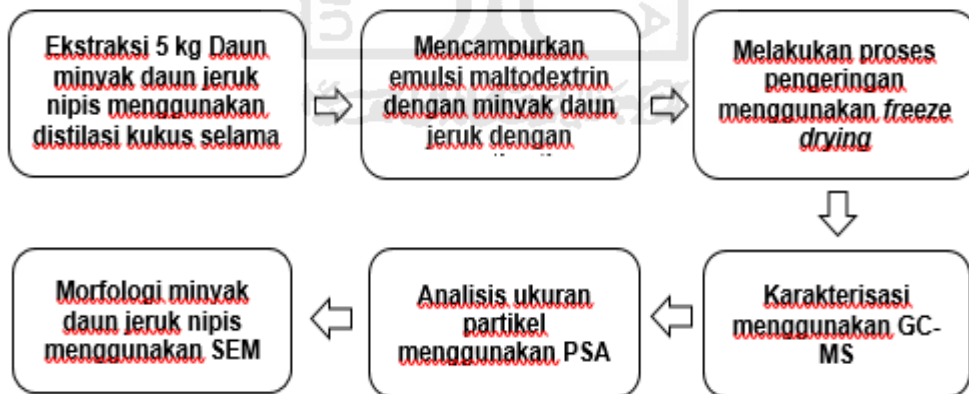
4.1 ALAT

Peralatan yang digunakan adalah beaker glass, pipet ukur 5 ml, pipet ukur 10 ml, plastik wrap, pengaduk magnet, *hotplate magnetic*, pengaduk kaca, vial sebagai wadah minyak atsiri, gelas beaker PYREX 300ml, gelas beker PYREX 100 ml, sendok sungu, kaca arloji, neraca analitik, oven vakum, *freeze dryer* (TOPT-10B), GC-MS (SIMADZU QP-2010), SEM (PHENOM™), PSA (HORIBA SZ-100)

4.2 BAHAN

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah minyak atsiri daun jeruk nipis, maltodextrin, aquades, NaSO₄, n-heksana, (C₆H₁₄) *p.a* dari merk (EMSURE® CAS 110-54-3)

4.3 CARA KERJA



4.3.1 Distilasi Minyak Daun Jeruk Nipis

Bahan baku daun jeruk purut sebanyak 5 kg dimasukkan ke dalam alat destilasi uap. Setelah alat distilasi siap dijalankan, kemudian nyalakan kompor hingga suhu air di dalam alat destilasi mendidih. Lakukan distilasi 4-5 jam. Tampung destilat yang keluar dalam penampung, bila hasil destilat yang keluar berwarna keruh maka ditambahkan Na_2SO_4 anhidrat. Hitung rendemen minyak atsiri terhadap berat bahan mentah

4.3.2 Nanoenkapsulasi Minyak Daun Jeruk Nipis

Maltodextrin sebanyak 2 gr, dilarutkan dengan aquades 10 ml dan diaduk hingga larut, lalu didiamkan semalaman dengan suhu ruang. Setelah itu larutan material pelindung dicampurkan dengan minyak daun jeruk nipis lalu diaduk dengan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 800 rpm selama 10 menit agar berubah menjadi emulsi. Kemudian diambil 2ml maltodextrin yang sudah dilarutkan dan dimasukkan kedalam wadah sebanyak lima kali secara barulang. Lalu dimasukan minyak daun jeruk nipis dengan variasi 1,5; 2; 2,5; 3; dan 4 ml ke dalam larutan maltodextrin. Selanjutnya dilakukan lagi pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* selama 15 menit pada setiap campuran maltodextrin dan minyak daun jeruk nipis. Setelah itu dimasukkan ke dalam *freeze dryer* dengan temperatur sekitar $-45\text{ }^\circ\text{C}$ selama 96 jam untuk proses menjadi serbuk kering

4.3.3 Pengujian SEM (Scanning Electron Microscopy)

Meletakkan serbuk ekstrak yang telah terenkapsulasi pada potongan kuningan (*stub*) berdiameter 1 cm dengan menggunakan selotip dua sisi. Selanjutnya mengubah serbuk tersebut menjadi bersifat konduktif dengan cara elektrik menggunakan sinar dari platina lapis tipis (*coating*) selama 30 detik pada tekanan dibawah 2 Pa dan tegangan elektron 10 kV dengan perbesaran 250x, 760x, 2500 x.

4.3.4 Pengujian PSA (*Particle Size Analyzer*)

Melakukan pengukuran suatu partikel dengan analisis uji PSA (*Particle Size Analyzer*). Melarutkan sampel yang kemudian diambil menggunakan pipet, kemudian memasukkannya kedalam *tube* yang ada di dalam instrumen PSA yang sebelumnya sudah diatur untuk pengujian sampel nano kapsul, hasil pengujian akan muncul pada layar komputer.



BAB V

HASIL DAN PEMBAHASAN

5.1 Ekstraksi Minyak Daun Jeruk Nipis

Pada penelitian ini bahan baku yang digunakan adalah daun jeruk nipis. Sebelumnya dilakukan pemilahan daun jeruk nipis yang masih segar dan dipisahkan dari dahannya kemudian dicuci hingga bersih. Setelah itu, daun jeruk nipis dipotong-potong kecil dengan tujuan untuk mempermudah pada saat dilakukan distilasi sehingga pada saat proses distilasi minyak atsiri pada daun jeruk nipis akan mempermudah minyak keluar dan menyingkat waktu proses distilasi. Distilasi yang digunakan adalah distilasi kukus, karena agar rendemen yang dihasilkan dari minyak atsiri daun jeruk nipis lebih besar, lebih sederhana dan mempersingkat waktu pengerjaan.

Selama pemanasan uap yang merupakan campuran minyak dan uap air akan terkondensasi menjadi cair dan ditampung dalam wadah. Selanjutnya cairan minyak dan air tersebut dapat dipisahkan dengan separator pemisah minyak agar minyak terpisah dengan air. Dalam proses pemanasan, dilakukan pemantauan pada kondensor yang bertindak sebagai pendingin uap yang terbentuk dari pemanasan agar dapat menjadi cairan kembali. Pemantauan terhadap kondensor bertujuan sebagai penjaga suhu didalam kondensor agar tidak terlalu panas dan terjaga, apabila kondensor terlalu panas maka proses pendinginan uap akan terhambat sehingga cairan yang seharusnya tertampung menjadi hilang. Di kolom pemisah, minyak dan air akan berpisah berdasarkan berat jenisnya. Minyak atsiri akan berada di atas air karena minyak atsiri memiliki massa jenis yang lebih ringan dibandingkan massa jenis air.

Minyak atsiri yang diperoleh kemudian dievaluasi, evaluasi yang dilakukan antara lain Uji organoleptis dan perhitungan rendemen pada hasil cairan yang berwarna bening dan berbau khas jeruk nipis.

.Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan. Rendemen minyak daun jeruk nipis berkisar antara 2,7%-3,4%. Pada penelitian ini dihasilkan rendemen 0,2116% dan densitas minyak 1,2701 mL/gram yang berarti belum mencapai *range* dari minyak daun jeruk nipis secara teori, hal ini dapat dipengaruhi oleh faktor pengadaan bahan baku dan penanganan pada proses pemetikan dan pemilahannya. Selain itu, adanya perbedaan rendemen yang dihasilkan bergantung pada kondisi lingkungan, dan umur dari tanaman jeruk nipis itu sendiri.

5.2 Nanoenkapsulasi Minyak Daun Jeruk Nipis dengan Penyalut Maltodextrin

Nanoenkapsulasi minyak daun jeruk nipis dilakukan dengan metode *freeze drying*. Proses nanoenkapsulasi minyak daun jeruk nipis ini menggunakan maltodextrin sebagai penyalut, akuades sebagai pelarut dan minyak atsiri sebagai bahan aktif.

Tabel 2 Variasi antara maltodextrin dengan minyak daun jeruk nipis

Variasi	Minyak Daun Jeruk Nipis (mL)	Maltodextrin (gram)	Keterangan
1	2	1,5	Berkerak
2	2	2	Berkerak
3	2	2,5	Berkerak
4	2	3	Berkerak
5	2	3,5	Serbuk

Tahapan selanjutnya adalah *freeze drying* untuk proses pembekuan suspensi menjadi nanoenkapsulasi. Proses *freeze drying* sendiri mempunyai tiga tahapan yaitu pembekuan, langkah pengeringan primer dan langkah pengeringan sekunder. Pada langkah pembekuan terjadi proses pemadatan pada sampel, hal ini memungkinkan pelarut beku dalam produk untuk menguap

tanpa melalui fase cair atau yang disebut juga dengan sublimasi. Tingkat pemadatan akan mempengaruhi struktur hasil dan karakteristik morfologi dari produk akhir yang dihasilkan. Pengeringan primer merupakan tahapan dimana menggunakan tekanan rendah untuk terjadinya sublimasi dari pelarut yang membutuhkan tekanan dibawah tekanan uap kesetimbangan pelarut. Pada tahapan terakhir adalah pengeringan sekunder. Pada pengeringan sekunder ini suhu harus lebih rendah daripada suhu transisi gelas untuk mencegah terjadinya kolaps, jika terjadi kolaps maka suhu pemanas dan tekanan harus diturunkan. Pada produk berbentuk padat akan membutuhkan waktu lebih lama karena air menguap melalui bahan ke permukaan. Hasil akhir dari *freeze drying* didapatkan hasil padatan berwarna putih dan memiliki bau khas daun jeruk nipis.

Struktur enkapsulasi yang didapat dari hasil pengeringan menggunakan metode *freeze drying* berupa butiran yang halus dan kering namun memiliki sifat yang rapuh dan dapat diamati dari sifat serbuk jika disentuh dengan tangan akan mudah sekali hancur. Warna nanokapsul tergantung pada konsentrasi minyak daun jeruk nipis yang terkandung dalam nanokapsul tersebut. Semakin besar konsentrasi minyak daun jeruk nipis maka warna yang dihasilkan akan semakin kuning. Hal ini dapat diamati dari warna nanokapsul dengan perbandingan 1:1 memiliki warna putih kekuningan dengan warna putih yang dominan dan semakin besar konsentrasi tersebut membuat warna menjadi kekuningan. Kelembaban dari kelima nanokapsul juga berbeda. Nanokapsul dengan perbandingan 1:2 memiliki kelembaban paling rendah diantara kelima nanokapsul dan nanokapsul perbandingan 3,5:2 memiliki kelembaban yang tinggi.

Berdasarkan sifat-sifat fisik tersebut, hanya nanokapsul dengan perbandingan 3,5:2 yang diteliti lebih lanjut menggunakan SEM dan diuji kandungan minyak atsirinya karena sampel yang lain kurang memungkinkan untuk diteliti dikarenakan memiliki tingkat kelembaban yang terlalu tinggi sehingga akan berdampak pada hasil uji SEM. Berdasarkan morfologi dan

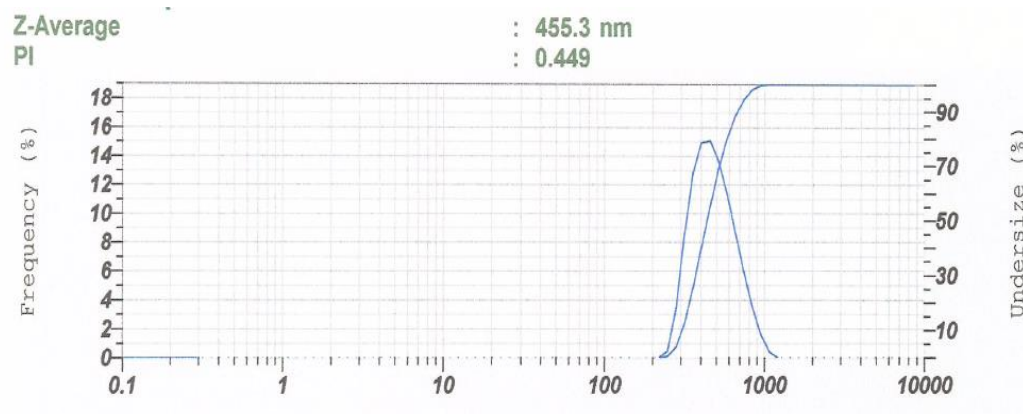
kenampakannya dikhawatirkan nanokapsul yang lainnya yang masih lembab mengalami kebocoran. Hal ini bisa disebabkan oleh beberapa faktor seperti konsentrasi minyak atsiri yang terlalu berlebih atau perlakuan pengadukan menggunakan stirer yang kurang lama sehingga menyebabkan bahan maltodextrin dan minyak daun jeruk nipis tidak tercampur dengan sempurna.



Gambar 4 Minyak daun jeruk nipis setelah melalui proses *freeze drying*

5.3 Analisis Ukuran Partikel Menggunakan PSA (*Particle Size Analyzer*)

Particle Size Analyzer (PSA) merupakan alat yang digunakan untuk menghitung suatu ukuran partikel dengan cara menganalisis gambar atau menghitung dengan perhitungan partikel. Hasil distribusi ukuran partikel enkapsulasi minyak daun jeruk nipis dengan penyalut maltodextrin diperoleh ukuran nanoenkapsulasi yaitu 455,3 nm. Moharaj dan Chen (2006) mengatakan nanopartikel artikan sebagai sesuatu yang berbentuk padat berukuran $<0,2$ nm. Partikel dengan ukuran lebih kecil dari 0,3 nm dapat menembus dengan mudah dan masuk ke dalam sel-sel individu. Nanoteknologi merupakan suatu aktivitas dalam membentuk suatu struktur, bentuk, suatu *design*, peralatan sistem dan material dengan cara mengontrol suatu ukuran dan karakter material pada skala ukuran material kurang dari 0,3 μm (Winarno dan Fernandes 2010).

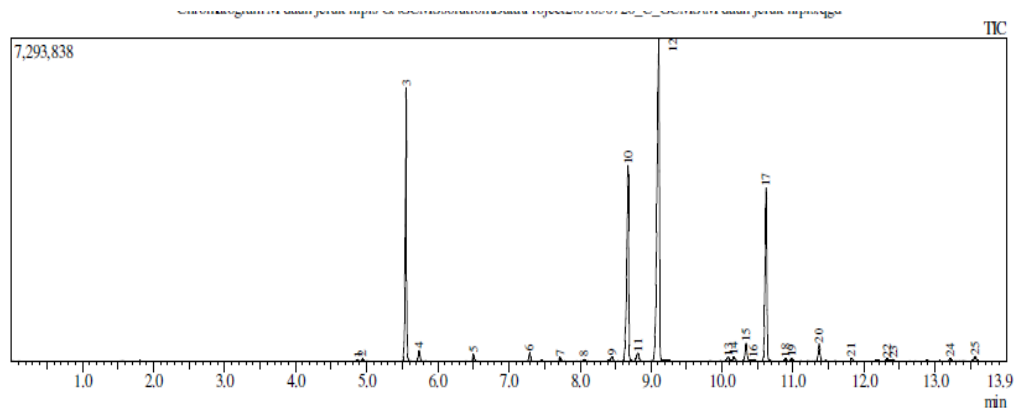


Gambar 5 Grafik PSA nanoenkapsulasi minyak atsiri daun jeruk nipis

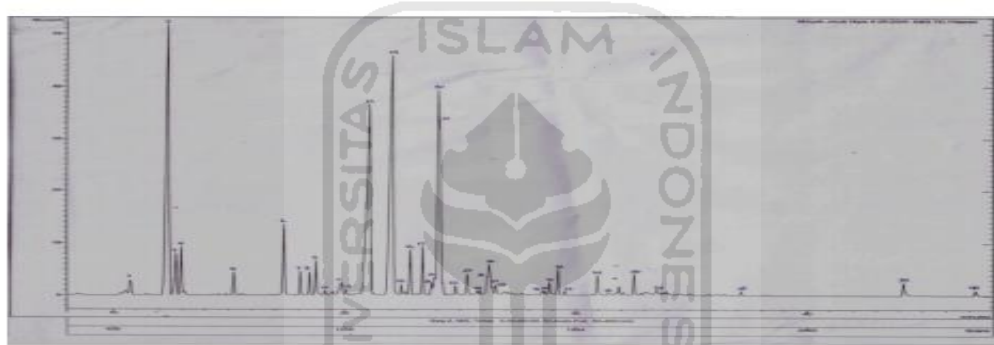
Hasil yang didapatkan, nanokapsul memiliki ukuran sebesar 455,3 nm yang berarti ukuran yang didapatkan dalam penelitian ini termasuk ke dalam mikrokapsul. Menurut Rachmania (2011), Pengadukan dengan kecepatan tinggi menggunakan *magnetic stirrer* dapat memberikan energi yang samarata pada partikel dan memperkecil ukuran sehingga hampir seluruh bagian sisi campuran minyak daun jeruk nipis dengan penyalut maltodextrin sehingga pada waktu tertentu ukuran partikel semakin homogen. Perbedaan proses *sizing*, aktivitas material emulsi serta material stabiliser dapat menghasilkan ukuran partikel yang tidak homogen yang dipengaruhi oleh variasi ukuran partikel hingga ukuran partikel cukup memenuhi standar mikropartikel.

5.4 Karakterisasi Nanoenkapsulasi Minyak Daun Jeruk Nipis

Karakterisasi nanoenkapsulasi minyak daun jeruk nipis menggunakan alat GC-MS bertujuan untuk mengetahui komponen-komponen yang terkandung dalam minyak daun jeruk nipis. Hasil karakterisasi minyak daun jeruk nipis dibandingkan dengan karakterisasi nanokapsul minyak daun jeruk nipis dengan penyalut maltodextrin. Hal ini bertujuan untuk mengetahui kandungan nanokapsul memiliki komponen utama dari minyak daun jeruk nipis.



Gambar 6 Kromatogram GC-MS minyak atsiri daun jeruk nipis setelah melalui proses enkapsulasi



Gambar 7 Kromatogram GC-MS minyak atsiri daun jeruk nipis (Musdja, 2017)

Tabel 3 Perbandingan komponen terbesar minyak daun jeruk nipis

Komponen	Kadar	
	Peneliti	<i>musdja, 2017</i>
Limonene	19,64	10,34
Geraniol	-	10,20
Neryl asetat	-	8,94
E-Citral	36,46	5,72
Citral	18,15	-
Geranyl asetat	14,75	-

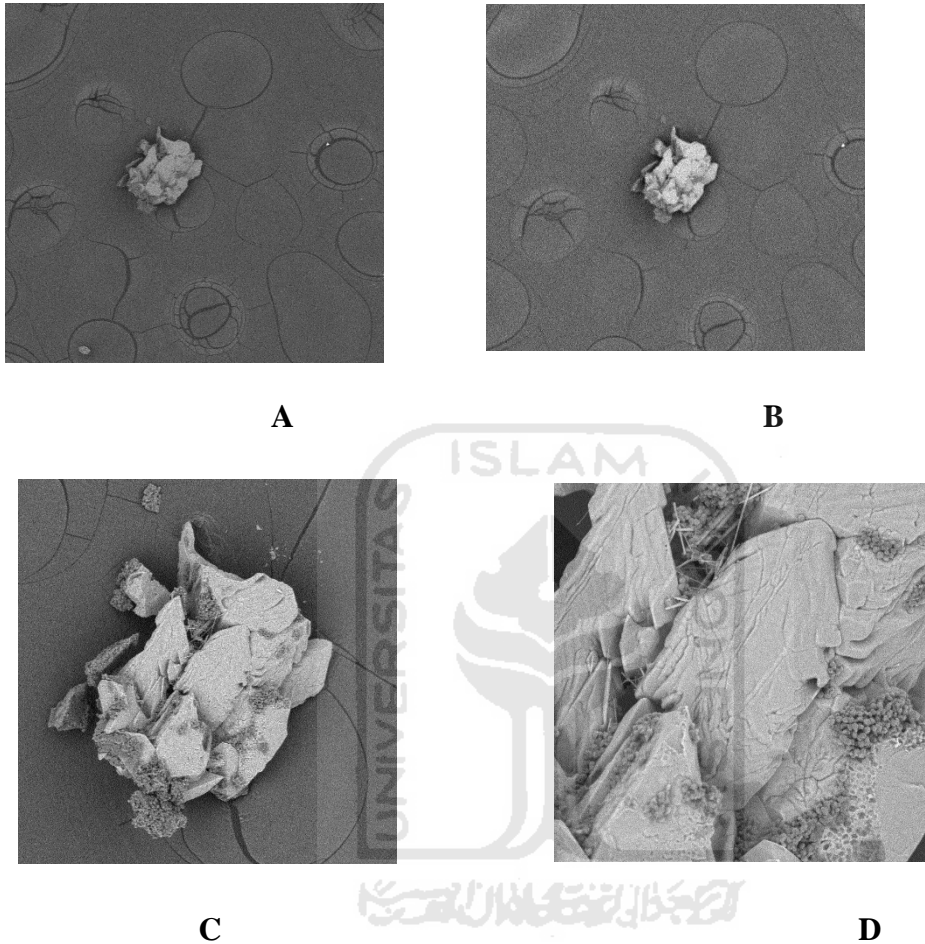
Pada Tabel 3. Menunjukkan perbandingan hasil GC antara penelitian dengan penelitian referensi. Senyawa yang terdeteksi pada minyak daun jeruk nipis setelah dilakukan *freeze drying* dengan metode GC-MS sebanyak 25 senyawa (Gambar 5) dan mempunyai 4 komponen penyusun utama. Senyawa yang didapatkan pada penelitian referensi oleh (Musdja, 2017) sebanyak 40 senyawa (Gambar 6). Komponen minyak daun jeruk nipis antara penelitian dengan penelitian referensi adalah limonene dan E-Citral. Komponen penyusun utama daun jeruk nipis berdasarkan hasil GC-MS adalah Limonen dengan 19,64%, Citral 18,15%, E-Citral 36,46%, Geranyl asetat 14,75%. Sedangkan komponen utama daun jeruk nipis milik peneliti referensi adalah Limonen dengan 10,34%, Geraniol 10,20%, Neryl asetat 8,94%, dan E-citral 5,72%.

Bedasarkan hasil analisis GC (Musdja, 2017) dapat diketahui bahwa kandungan yang terdapat pada minyak daun nipis dengan penyalut maltodextrin sebelum dilakukan pengeringan menggunakan metode *freeze drying* mengandung senyawa komponen utama dari minyak atsiri daun jeruk nipis yang sama dengan hasil analisis menggunakan GC yaitu limonene namun memiliki perbedaan pada waktu retensi. Hal ini dapat dilihat dari waktu retensi hasil GC-MS 5,553 menit sedangkan pada analisis menggunakan GC menghasilkan waktu retensi 12,432 menit. Hal ini bisa dipengaruhi oleh proses penyalutan maltodextrin yang tidak merata, perubahan suhu saat proses pengeringan dengan metode *freeze drying*, maupun bisa disebabkan oleh keadaan suhu pada saat instrumen GC-MS dilakukan pemanasan yang menyebabkan perbedaan peak pada waktu retensi yang sama dengan instrumen GC.

5.5 Morfologi Nanoenkapsulasi Minyak Daun Jeruk Nipis

Morfologi minyak atsiri daun jeruk nipis yang sudah terenkapsulasi dapat menggunakan analisis SEM (*Scanning Electron Microscopy*) untuk melihat perbedaan secara visual. Menurut Wahyono (2010), fungsi dari analisis SEM yaitu sebagai pengidentifikasi morfologi sebuah permukaan sampel, bentuk dan ukuran sampel berupa tampilan gambar visual. Cara mendapatkan foto SEM

dengan dihitung perbandingan jumlah partikel berukuran nano terhadap seluruh ukuran partikel yang terdapat dalam satu foto SEM tersebut.



Gambar 8 Hasil SEM nanoenkapsulasi minyak daun jeruk nipis, A (sebelum dilakukan perbesaran), B (hasil SEM dengan perbesaran 250 kali), C (hasil SEM dengan perbesaran 760 kali), D (hasil SEM dengan perbesaran 2500 kali).

Pada (Gambar 6) memperlihatkan morfologi dan struktur dari nanoenkapsulasi minyak daun jeruk nipis. Hal tersebut dapat dilihat dari terbentuknya suatu partikel butiran-butiran kecil berukuran 455,3 nm yang terbukti bahwa minyak daun jeruk nipis mengalami proses enkapsulasi dengan penyalut maltodextrin.



BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN

6.1 Kesimpulan

Kesimpulan pada penelitian ini adalah :

1. Rasio sebesar 2 mL nanoenkapsulasi minyak daun jeruk nipis dengan 3,5 gram penyalut maltodextrin menghasilkan homogenitas berupa serbuk yang paling baik.
2. Didapatkan senyawa utama minyak atsiri daun jeruk nipis dari GC-MS yaitu Limonene PSA menunjukkan bahwa kapsulasi yang terbentuk berukuran mikro sebesar 455,3 nm dan SEM menunjukkan bahwa interaksi minyak daun jeruk nipis dengan matriks maltodextrin sebagai penyalut.

6.2 Saran

Diperlukannya penelitian lebih lanjut tentang mikroenkapsulasi minyak atsiri daun jeruk nipis dengan penyalut maltodextrin agar didapatkan variasi rasio yang sesuai dengan menghasilkan homogenitas yang tinggi.

DAFTAR PUSTAKA

- Astarini, Ferbriani, N.P. 2010. "Minyak Atsiri dari Kulit Jeruk buah *Citrus Grandis*, *Citrus Aurantium (L)* dan *Citrus Aurantifolia (Rutaceae)* Sebagai Senyawa Antibakteri dan Insektisida". Prosiding Semester Genap SK-091304.
- Bagchi, D., Bagchi, M., Moriyama, H., Shahidi, F., 2013, *Bio-Microtechnology; A Revolution in Food, Biomedical and Health Science*, first ed. Willey Blackwell, Sussex, U.K
- Burgess, D.J., Duffy, E., Etzler, F., Hickey, A.J., 2004, Particle size analysis: AAPS workshop report, consponsored by the food and drug administration and the united states pharmacopeia, *The AAPS Journal Article 20* Vol.6(No.3): Hal 1-12
- Chandramouli V, Kailasapathy K., Peiris P dan Jones M, 2004, A improved method of microencapsulation and its evaluation to protect *Lactobacillus spp*, in simulated gastric conditions. *J of Microbiol Methods* Vol 56: Hal 27-35
- Chiou, D.; Langrish, T. A. G, 2007, "Crystallization of Amorphous Component in Spray-Dried Powders". *Spray Drying Technology*. 25 : 1427. doi : 10.1080/07373930701536718
- Ezhilarasi, P.N., Karthik, P., Chanwal, N., Anandharamakhrisnan, C., 2013, Microencapsulation techniques for food bioactive components : a review. *Food Bioprocess Tech*. Vol 6 (No. 3): Hal 628-647
- Frazier WC dan DC Westhoff, 1998, *Food Microbiology*, 4th ed, New York: Me Graw Hill Inc.
- Fujita T, Tokunaga J, Hajime I, 1971, *Atlas of Scanning Electron Microscopy*, Japan.
- Ginting, Sentosa, 2004, *Pengaruh Lama Penyulingan Terhadap Rendemen dan Mutu Minyak Atsiri Daun Sereh Wangi*, Universitas Sumatra Utara.
- Greiner, R, 2009, Current and Projected Applications of Nanotechnology in the Food Sector. Abstract. *J. Brazilian Soc. Food Nutr*, Sao Paulo
- Hariyadi, P, 2013, Freeze Drying Technology: For Better Quality and Flavor of Dried Product. *Food Review Indonesia* , Vol. 8 (No. 2), hal 52-56.
- Ketaren, S, 1985, *Pengantar Teknologi Minyak Atsiri*, Balai Pustaka, Jakarta.

- Kondo, 1979, *Micricapsule Processing and Technology*, New York; Marcel Dekker.
- Masters, K. 1979. *Handbook Spray Drying*. John Wiley and Sons. New York
- Noviyani, N. 2018. “*Pembuatan Nano Enkapsulasi Dengan Matriks Tepung Pati Dari Minyak Daun Jeruk Purut Dengan Metode Freeze Drying*” . Skripsi Universitas Islam Indonesia
- Pandey, R., Kalra, A., Tandon, S., Mehrotra, N., Singh, H.N., Kumar, S., 2000, Essential oil compounds as potent source of nematicidal compounds. *J.Phytopatrol*. Vol 148 (No. 7-8): Hal 501-502
- Purwowidodo, Iwan Benny. 2003. *Pengeringan Gelatin Menggunakan Spray Drying*. Skripsi. Jurusan Teknologi Industri Pertanian. Fateta. IPB. Bogor
- Quintanilla-Carvajal, M.X., Camacho-Diaz, B.H., Meraz-Torrez, L.S., Chanona-Perez, J.J., Alamanilla-Beltran, L., Jimenez-Patricio, A., Gutierrez-Lopez, G.F., 2010, Nanoencapsulation : a new trend in food engineering processing. *Food Eng, Rev*, Vol 2 (No. 1): Hal 39-50
- Scott, P.W.R., 2005, *Essential oils*, In: Worsfold, P., Townshend, A., Poole, C. Eds., *Encyclopedia of Analitical Science*, second ed. Elsevier, London, UK, pp. Hal 554-561
- Schewiggert, U., Carle., Schieber, A., 2007, Conventional and alternative processes for spice production-a review, *Trends Food Sci. Techno*, Vol 18 (No. 5): Hal 260-268
- Sharief, D.A. 2006. “*Optimasi Proses Ekstraksi dan Pengeringan Semprot Pada Teh Hijau Instan*”. Skripsi. Program Studi Ilmu dan Teknologi Pangan. Fatete. IPB. Bogor
- Sri Yuliani, 2007. Pengaruh Laju Alir Umpan Dan Suhu Inlet Spray Drying Pada Karakteristik Mikrokapsul Oleoresin Jahe. *J.Pascapanen* Vol 4(No. 1) :Hal 18-26
- Ta'ib, G., E.G. Sa'id., dan S. Wiraatmadja. 1988. *Operasi Pengeringan Pada Pengolahan Hasil Pertanian*. PT. Mediyatama Sarana Perkasa. Jakarta. Hal. 94-98
- Tanjung, N. 1987. *Pembuatan Teh Instan Menggunakan Mertode Spray Drying*. Skripsi. Jurusan Teknologi Pangan dan Gizi. Fateta. IPB. Bogor

- Triharyono, Y. 2018 “ *Pembuatan Nano Enkapsulasi Dengan Matriks Tepung Pati Dari Minyak Jeruk Purut Dengan Metode Freeze Drying*” . Skripsi Ilmu Kimia Universitas Islam Indonesia.
- Turek, C., Stintzing, F.C., 2013, Stability of essential oils : a review, *Compr. Rev. Food Sci. Food Saf.* Vol 12 (No. 1): Hal 40-53.
- Victor RP dan DR Heldman, 2001, *Introduction to food engineering*, 3rd ed, London: Academic Press.
- Vidhayalaksmi R, R Bhakayaraj, dan RS Subhasree, 2009, Encapsulation “the future of probiotic”-a review, *Advance in Biological Res*, Vol 3 (No. 3-4): Hal 96-103.
- Vistanty, Hany, 2010, *Pengeringan Pasta Susu Kedelai Menggunakan Pengering Unggun Terfluidakan Partikel Inert*, Tesis Magister Teknik Kimia Program Pasca Sarjana Universitas Diponegoro.
- Wirakartakusumah, M.A. 1992. *Peralatan dan Unit Proses Industri Pangan*. Departemen Pendidikan dan Kebudayaan. Direktorat Jendral Pendidikan Tinggi. Pusat Antar Universitas Pangan dan Gizi. Institut Pertanian Bogor.
- Yavus, Hulya and Ceyhun B., *Preparation and Biodegradation of Starch Film*, *Journal of Polymer and the Environment*, 2003, Vol. 11 (No. 3): Hal 84-86.
- Young SL, X Sarada, dan M Rosenberg, 1993, Microencapsulating properties of whey proteins with carbohydrate, *J of Dairy Sci* Vol 76: Hal 2878-2885
- Zuidam, N. J., and Nedovic, V. A, 2010, *Encapsulation Technologies for Active Food Ingredients and Food Processing*, Ebooksclub.org, Springer Sciences.



Lampiran 1

PERHITUNGAN RENDEMEN

Diketahui :

$$\text{Berat piknometer kosong} = 8,73 \text{ gram}$$

$$\text{Berat piknometer + air} = 10,47 \text{ gram}$$

$$\text{Berat piknometer+minyak} = 10,94 \text{ gram}$$

Ditanyakan : rendemen minyak daun jeruk nipis ?

Jawab

$$\begin{aligned} \text{Volume piknometer} &= \frac{\text{berat piknometer isi air} - \text{berat piknometer kosong}}{\rho \text{ air}} \\ &= \frac{10,47 \text{ gram} - 8,73 \text{ gram}}{1 \text{ gram/mL}} \\ &= 1,74 \text{ mL} \\ \rho \text{ minyak daun jeruk nipis} &= \frac{10,94 \text{ gram} - 8,73 \text{ gram}}{1,74 \text{ mL}} \\ &= \frac{10,94 \text{ gram} - 8,73}{1,74} \\ &= 1,2701 \text{ gram/mL} \end{aligned}$$

$$\text{Berat minyak daun jeruk nipis} = \rho \text{ minyak daun jeruk nipis} \times \text{volume minyak}$$

$$= 1,2701 \text{ gram/mL} \times 15 \text{ mL}$$

$$= 19,0517 \text{ gram}$$

$$\% \text{ Rendemen} = \frac{\text{berat minyak daun jeruk nipis}}{\text{berat daun jeruk nipis}} \times 100\%$$

$$= \frac{19,0517 \text{ gram}}{9000 \text{ gram}} \times 100\%$$

$$= 0,2116 \%$$

Lampiran 2

Alat Distilasi

Lampiran 3

Serbuk nanoenkapsulasi minyak daun jeruk nipis



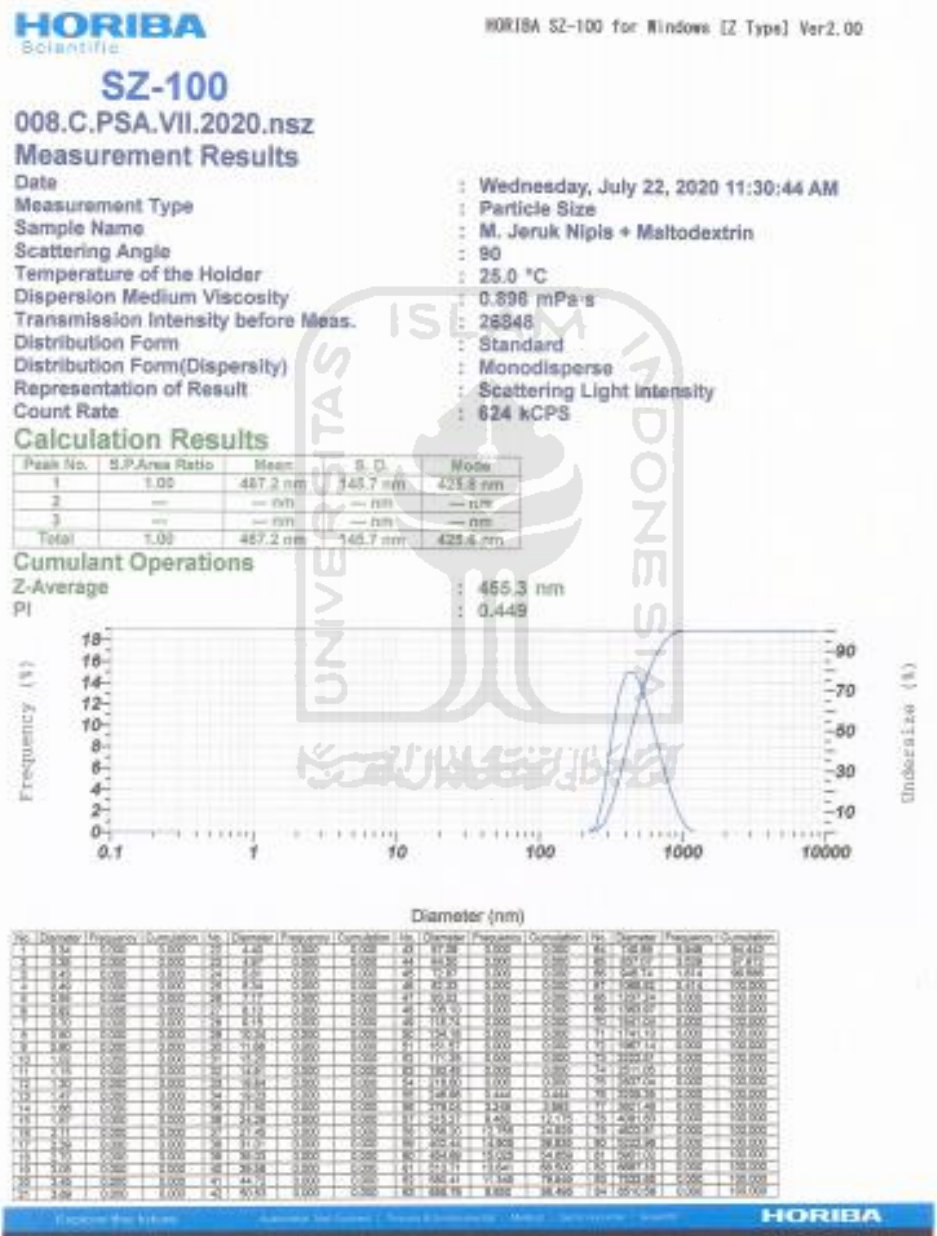
Lampiran 4

Minyak daun jeruk nipis



Lampiran 5

Hasil PSA

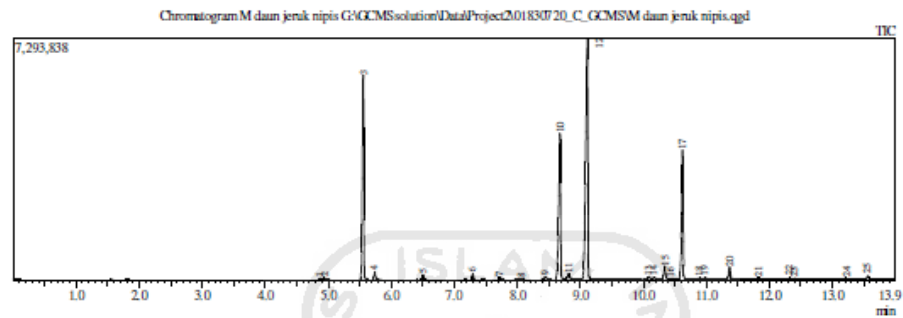


Lampiran 6

Hasil GC

Analyzed by : Adrin
 Analyzed : 7/27/2020 11:34:28 AM
 Sample Name : M daun jeruk nipis
 Sample ID : 1
 Injection Volume : 0.10
 Data File : C:\GCMSsolution\Data\Project201830720_C_GCMSM daun jeruk nipis.qgd
 Tuning File : C:\GCMSsolution\SystemTune\1_Agus 2019.qgt

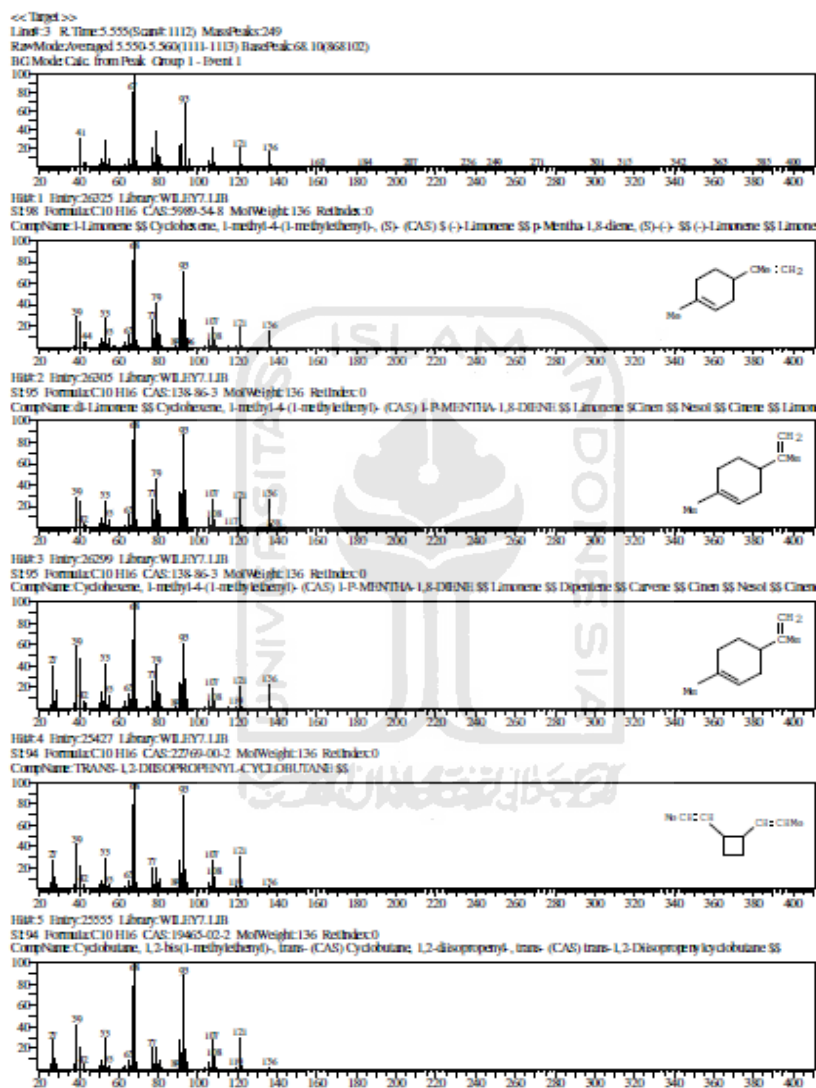
Sample Information



Peak#	R.Time	LTime	FTime	Area	Area%	Height
1	4.874	4.830	4.910	73490	0.16	37195
2	4.940	4.910	4.980	77395	0.17	48509
3	5.553	5.490	5.635	9122565	19.64	6182744
4	5.739	5.635	5.795	390305	0.84	232473
5	6.504	6.470	6.570	258270	0.56	147611
6	7.291	7.245	7.350	297038	0.64	177139
7	7.723	7.685	7.765	158381	0.34	84118
8	8.059	8.030	8.095	74768	0.16	42261
9	8.450	8.380	8.505	231556	0.50	85182
10	8.676	8.590	8.750	8754761	18.85	4414400
11	8.815	8.750	8.890	388030	0.84	167046
12	9.110	9.010	9.175	16936725	36.46	7269624
13	10.088	10.040	10.140	229193	0.49	85661
14	10.170	10.140	10.220	172609	0.37	79516
15	10.340	10.220	10.380	728080	1.57	394997
16	10.445	10.380	10.500	156746	0.34	33874
17	10.621	10.500	10.715	6850422	14.75	3895595
18	10.896	10.855	10.935	89979	0.19	45967
19	10.977	10.935	11.040	131630	0.28	60796
20	11.368	11.315	11.425	755388	1.63	388460
21	11.828	11.785	11.875	104365	0.22	46876
22	12.321	12.220	12.355	90996	0.20	43038
23	12.404	12.355	12.445	72114	0.16	26544
24	13.212	13.175	13.260	104573	0.23	45628
25	13.562	13.515	13.615	200433	0.43	93653
				46449812	100.00	24128897

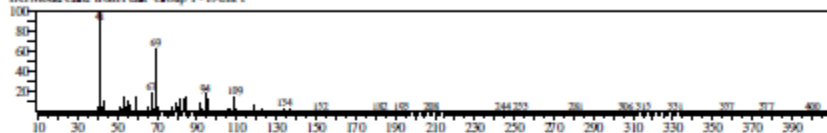
Lampiran 7

Hasil MS



<< Target >>

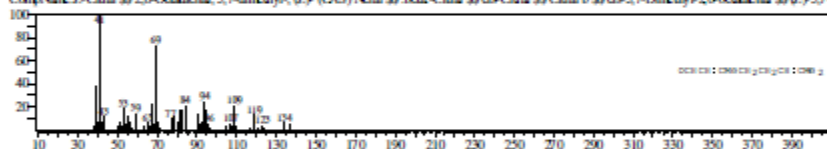
Line# 10 R-Time: 8.675(Scan# 1736) MassPeak# 242
 RunMode: Average#1 8.670-8.680(1735-1737) BasePeak: 41.109(16557)
 BG Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Hit# 1 Entry: 40960 Library: WELIY7.LIB

S195 Formula: C10H16O CAS: 106-26-3 MolWeight: 152 RetIndex: 0

CompName: Z-Citral SS 2,6-Octadienal, 3,7-dimethyl-, (Z)- (CAS) Neral SS beta-Citral SS cis-Citral SS Citral b SS cis-3,7-Dimethyl-2,6-octadienal SS (Z)-3,7-



Hit# 2 Entry: 40967 Library: WELIY7.LIB

S194 Formula: C10H16O CAS: 106-26-3 MolWeight: 152 RetIndex: 0

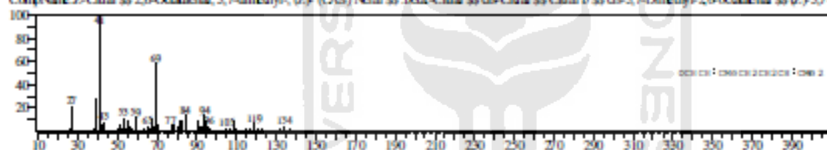
CompName: Z-Citral SS 2,6-Octadienal, 3,7-dimethyl-, (Z)- (CAS) Neral SS beta-Citral SS cis-Citral SS Citral b SS cis-3,7-Dimethyl-2,6-octadienal SS (Z)-3,7-



Hit# 3 Entry: 40964 Library: WELIY7.LIB

S194 Formula: C10H16O CAS: 106-26-3 MolWeight: 152 RetIndex: 0

CompName: Z-Citral SS 2,6-Octadienal, 3,7-dimethyl-, (Z)- (CAS) Neral SS beta-Citral SS cis-Citral SS Citral b SS cis-3,7-Dimethyl-2,6-octadienal SS (Z)-3,7-



Hit# 4 Entry: 40966 Library: WELIY7.LIB

S194 Formula: C10H16O CAS: 106-26-3 MolWeight: 152 RetIndex: 0

CompName: Z-Citral SS 2,6-Octadienal, 3,7-dimethyl-, (Z)- (CAS) Neral SS beta-Citral SS cis-Citral SS Citral b SS cis-3,7-Dimethyl-2,6-octadienal SS (Z)-3,7-



Hit# 5 Entry: 40958 Library: WELIY7.LIB

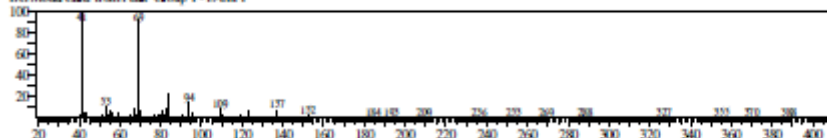
S195 Formula: C10H16O CAS: 106-26-3 MolWeight: 152 RetIndex: 0

CompName: Z-Citral SS 2,6-Octadienal, 3,7-dimethyl-, (Z)- (CAS) Neral SS beta-Citral SS cis-Citral SS Citral b SS cis-3,7-Dimethyl-2,6-octadienal SS (Z)-3,7-

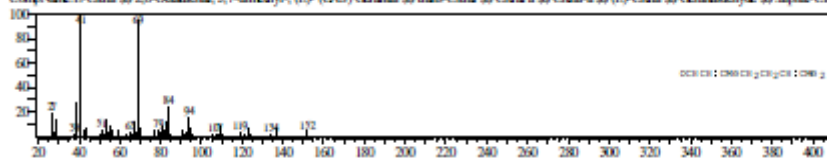


<< Target >>

1. Inf: 12 R Time: 9.110 (Scan: 1823) Mass Peak: 262
 Raw Mode: Averaged 9.105-9.115 (1822-1824) Base Peak: 41, 10 (1816264)
 IGC Mode Calc. from Peak Group 1 - Event 1



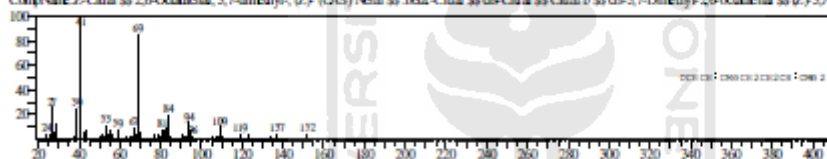
Hit: 1 Entry: 40843 Library: WELI.V7.LIB
 S197 Formula: C10 H16 O CAS: 141-27-5 MolWeight: 152 RetIndex: 0
 CompName: E-Citral \$ 2,6-Octadienal, 3,7-dimethyl-, (E)- (CAS) Geraniol \$ trans-Citral \$ Citral a \$ Citral-a \$ (E)-Citral \$ Geranioldehyde \$ alpha-Citral



Hit: 2 Entry: 40848 Library: WELI.V7.LIB
 S197 Formula: C10 H16 O CAS: 141-27-5 MolWeight: 152 RetIndex: 0
 CompName: E-Citral \$ 2,6-Octadienal, 3,7-dimethyl-, (E)- (CAS) Geraniol \$ trans-Citral \$ Citral a \$ Citral-a \$ (E)-Citral \$ Geranioldehyde \$ alpha-Citral



Hit: 3 Entry: 40857 Library: WELI.V7.LIB
 S196 Formula: C10 H16 O CAS: 106-26-3 MolWeight: 152 RetIndex: 0
 CompName: Z-Citral \$ 2,6-Octadienal, 3,7-dimethyl-, (Z)- (CAS) Nerol \$ beta-Citral \$ cis-Citral \$ Citral b \$ cis-3,7-Dimethyl-2,6-octadienal \$ (Z)-3,7-



Hit: 4 Entry: 40869 Library: WELI.V7.LIB
 S196 Formula: C10 H16 O CAS: 5392-40-5 MolWeight: 152 RetIndex: 0
 CompName: Citral \$ 2,6-Octadienal, 3,7-dimethyl-, (CAS) 3,7-Dimethyl-2,6-octadienal \$ 3,7-Dimethyl-1-2,6-octadienal \$ Citral, cis \$ cis,trans-Citral \$ Citral

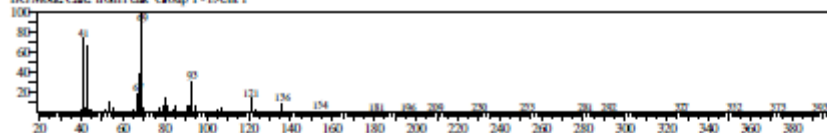


Hit: 5 Entry: 40870 Library: WELI.V7.LIB
 S196 Formula: C10 H16 O CAS: 5392-40-5 MolWeight: 152 RetIndex: 0
 CompName: Citral \$ 2,6-Octadienal, 3,7-dimethyl-, (CAS) 3,7-Dimethyl-2,6-octadienal \$ 3,7-Dimethyl-1-2,6-octadienal \$ Citral, cis \$ cis,trans-Citral \$ Citral



<< Target >>

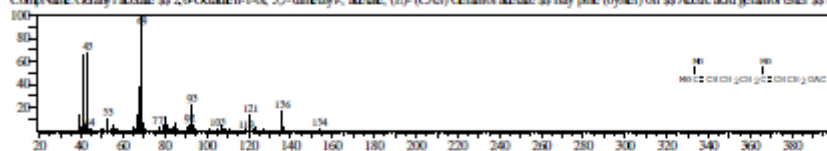
Line# 17 R-Time:10.620(Scan#:2125) MassPeak:283
 RawMode:Averaged 10.615-10.625(2124-2126) BasePeak:69.10744744
 HG Mode: Calc. from Peak Group 1 - Brent 1



Hit# 1 Entry:91014 Library:WILEY7.LIB

S196 Formula:C12H20O2 CAS:105-87-3 MolWeight:196 RetIndex:0

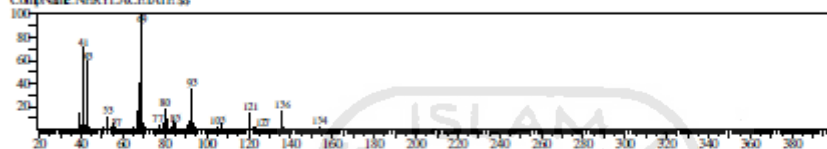
CompName:Gernyl acetate \$S 2,6-Octadien-1-ol, 3,7-dimethyl-, acetate, (E)- (CAS) Gerniol acetate \$S Bay pine (oyster) oil \$S Acetic acid genniol ester \$S In



Hit# 2 Entry:90077 Library:WILEY7.LIB

S196 Formula:C12H20O2 CAS:0-00-0 MolWeight:196 RetIndex:0

CompName:NERYL ACETATE \$S



Hit# 3 Entry:91003 Library:WILEY7.LIB

S196 Formula:C12H20O2 CAS:141-12-8 MolWeight:196 RetIndex:0

CompName:Neryl acetate \$S 2,6-Octadien-1-ol, 3,7-dimethyl-, acetate, (Z)- (CAS) Neriol acetate \$S Linalyl, neryl, gennyl acetates, mixture \$S cis-Gernyl aceta



Hit# 4 Entry:91009 Library:WILEY7.LIB

S196 Formula:C12H20O2 CAS:105-87-3 MolWeight:196 RetIndex:0

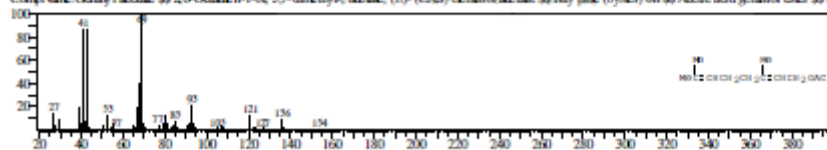
CompName:Gernyl acetate \$S 2,6-Octadien-1-ol, 3,7-dimethyl-, acetate, (E)- (CAS) Gerniol acetate \$S Bay pine (oyster) oil \$S Acetic acid genniol ester \$S In



Hit# 5 Entry:91012 Library:WILEY7.LIB

S196 Formula:C12H20O2 CAS:105-87-3 MolWeight:196 RetIndex:0

CompName:Gernyl acetate \$S 2,6-Octadien-1-ol, 3,7-dimethyl-, acetate, (E)- (CAS) Gerniol acetate \$S Bay pine (oyster) oil \$S Acetic acid genniol ester \$S In



Lampiran 8

Hasil Pengamatan SEM

