

4. PEMBAHASAN

Salah satu rempah yang merupakan produk ekspor Indonesia adalah pala (*Myristica fragrans* Houltt). Kandungan utama yang terdapat dalam pala yaitu oleoresin dan minyak atsiri banyak ditemui pada fuli dan biji pala (Rodianawati, 2010). Ekstrak oleoresin didapatkan melalui proses ekstraksi serbuk biji pala dengan menggunakan pelarut etanol 96% dengan perbandingan 10gram serbuk biji pala: 100 ml etanol 96% dengan menggunakan metode *ultrasonic assisted extraction*, frekuensi yang digunakan 45kHz pada suhu 50°C dengan waktu 37,5 menit (Rahardjo, 2019). Ekstrak oleoresin merupakan produk yang mudah rusak akibat oksidasi. Untuk mencegah kerusakan yang terjadi akibat adanya oksidasi, dilakukan proses enkapsulasi (Gharsallaoui et al., 2007). Salah satu metode enkapsulasi ada kristalisasi. Metode kristalisasi memiliki keuntungan seperti produk yang dihasilkan tingkat kemurnian bisa mencapai 100% dan mudah diterima oleh masyarakat (Siswanto and Triana, 2018). Formulasi yang digunakan untuk metode kristalisasi adalah 10gram oleoresin: 35gram gula pasir: 20gram air (Wibowo, 2020).

Produk yang diteliti pada penelitian ini diuji *accelerated shelf life testing* (ASLT) dengan menggunakan metode Arrhenius. Produk yang diteliti dikemas dengan menggunakan *metallized plastic* dan dimasukkan ke dalam desikator dengan *Relative Humidity* (RH) yang sudah diatur. RH pada desikator diatur sehingga menciptakan kondisi RH 75%. Untuk mencapai RH tersebut digunakan larutan garam (Kusnandar, 2010). Produk disimpan pada suhu 20°C, 30°C, dan 40°C selama 8 minggu.

Produk yang diuji dikemas dengan menggunakan kemasan *metallized plastic*. Pengemasan ditujukan untuk membantu mengurangi resiko kerusakan karena faktor – faktor seperti udara dan kelembaban yang ada pada lingkungan. Pengemas *metallized* tetap mempunyai sifat permeabilitas tergantung dari ketebalan lapisan, tekanan udara dan suhu lingkungan (Robertson, 2010). Adanya sifat permeabilitas pada bahan pengemas menyebabkan kenaikan persentase kadar air dan a_w pada produk yang ada di dalam kemasan.

4.1. Karakteristik Kimia Kristalisasi Oleoresin Biji Pala Selama Penyimpanan

4.1.1. Kadar Air

Salah satu parameter uji umur simpan adalah kadar air. Kadar air adalah kandungan air yang terkandung di dalam bahan yang dinyatakan dalam bentuk persen (Aventi, 2015). Kadar air yang terkandung dalam bahan pangan menentukan keawetan dan kesegaran bahan tersebut, dan juga air yang terkandung dalam bahan dapat mempengaruhi penampakan, tekstur, dan rasa bahan pangan. Semakin tinggi kadar air yang terkandung dalam produk pangan, maka produk tersebut akan mudah rusak. Kerusakan produk pangan tersebut dapat disebabkan karena adanya perkembang biakan mikroorganisme, perubahan fisik dan kerusakan sifat kimiawi karena kadar air yang terkandung tinggi (Winarno, 1997 dalam Aventi, 2015).

Produk yang diteliti pada penelitian ini adalah produk hasil kristalisasi oleoresin biji pala. Produk kristalisasi oleoresin biji pala yang dihasilkan harus memiliki kadar air dibawah 3% (SNI,1996). Produk kristalisasi oleoresin biji pala memiliki sifat yang higroskopis, sehingga permeabilitas pengemas terhadap uap air akan menyebabkan produk menyerap uap air dan kelembaban lingkungan (Utami et al., 2014). Maka dari itu, selama penyimpanan dilakukan pengujian kadar air setiap minggu untuk mengetahui kenaikan persentase kadar air dari produk kristalisasi oleoresin. Untuk penelitian kadar air digunakan alat *moisture analyzer* dengan menggunakan 1gram bahan dan ditunggu selama 10 menit untuk mengetahui hasil kadar airnya (Lindani, 2016).

Hasil penelitian kadar air dapat dilihat pada Tabel 1., dari data yang didapatkan dapat dilihat persentase kadar air selama 8 minggu pada ketiga suhu perlakuan mengalami peningkatan. Persentase kadar air pada W0 untuk suhu 20°C, 30°C dan 40°C adalah sebesar 1,675% Setelah 8 minggu disimpan persentase kadar air pada suhu 20°C sebesar 1,725%, pada suhu 30°C sebesar 1,840% dan untuk suhu 40°C sebesar 1,675%. Grafik yang menunjukkan peningkatan kadar air dapat dilihat pada Gambar 1., data yang didapatkan pada suhu 40°C persentase kadar air paling rendah, tetapi peningkatan kadar air dari W0 hingga W8 paling tinggi pada suhu 40°C. Hal ini sesuai dengan percobaan (Ganesan et al., 2007) yang menunjukkan adanya peningkatan kadar air yang lebih banyak pada suhu yang tinggi dibandingkan pada suhu rendah.

Peningkatan kadar air selama penyimpanan dapat juga disebabkan karena adanya penyerapan uap air ke dalam produk untuk mencapai kondisi kesetimbangan. Perbedaan kelembaban pada lingkungan penyimpanan dengan produk kristalisasi oleoresin juga menyebabkan adanya perbedaan tekanan uap parsial yang menyebabkan berpindahnya uap air dari tekanan tinggi ke

rendah (Mustafidah and Widjanarko, 2015). Peningkatan kadar air pada produk juga terjadi karena produk kristalisasi oleoresin biji pala memiliki sifat higroskopis karena merupakan produk serbuk kering. Pada kondisi RH tinggi sampel akan mudah untuk menyerap air selama dilakukan penyimpanan (Ayu Arizka and Daryatmo, 2015).

4.1.2. Aktivitas Air

A_w atau aktivitas air merupakan rasio tekanan parsial uap air dengan suhu yang sama pada produk dengan air murni (Mathlouthi, 2001). Aktivitas air dapat mempengaruhi penurunan umur simpan suatu produk, karena a_w mengontrol reaksi kimia dan reaksi enzimatik yang tidak diinginkan (Robertson, 2010). Batas maksimal kadar a_w untuk produk pangan kering adalah 0,60 agar tidak ditumbuhi oleh sebagian besar mikroorganisme, dan 0,85 agar tidak ditumbuhi oleh bakteri (Beuchat et al., 2013a). Produk kristalisasi oleoresin biji pala termasuk produk pangan kering yang berbentuk serbuk. Produk ini memiliki kadar a_w yang rendah yang disebabkan adanya proses pemasakan (pengeringan) (Beuchat et al., 2013).

Penelitian kadar a_w dilakukan dengan menggunakan alat a_w meter. Sampel yang digunakan diletakkan didalam wadah plastik \pm 15gram kemudian diletakkan dibawah alat a_w meter, kemudian ditunggu selama 15 menit. Hasil penelitian kadar a_w dapat dilihat pada Tabel 2., untuk grafik kenaikan antar suhu dapat dilihat pada gambar 2. Tingkat kenaikan kadar a_w tiap minggunya berbanding lurus dengan kenaikan kadar air dan suhu apabila kadar a_w produk ada dibawah 0,7 (Al-Muhatabeb et al., 2018). Data yang didapatkan selama 8 minggu penelitian menunjukkan tingkat kenaikan kadar a_w pada suhu 40°C paling tinggi diantara ketiga suhu yang digunakan untuk penelitian.

Hasil a_w W0 yang didapatkan yaitu 0.583, hasil W8 suhu 20 °C adalah 0.640, suhu 30 °C 0.677, dan suhu 40 °C 0.663. Pada W1 suhu 30 °C dan 40°C mengalami kenaikan kadar a_w yang sangat drastis, hal ini tidak sesuai dengan teori yang ada. Kenaikan a_w yang drastis ini dapat disebabkan oleh beberapa faktor, seperti kelembaban lingkungan pada saat pembungkusan sampel yang tinggi, sampel setelah masak yang masih panas langsung dimasukkan ke dalam kemasan dan di seal. Sampel yang masih panas dan dikemas dapat memicu peningkatan kadar a_w karena sampel yang masih panas dapat melepaskan uap air dan menciptakan kondisi dalam kemasan yang lembab (Nur Cahyo et al., 2016).

4.1.3. Aktivitas Antioksidan

Penentuan kadar aktivitas antioksidan dilakukan dengan menggunakan larutan DPPH. Langkah pertama yang dilakukan adalah menyiapkan 0,125gram sampel dan dilarutkan ke dalam ethanol 96% 5ml, kemudian ditunggu selama 2 jam sehingga ada endapan. Kemudian larutan sampel diambil 0,1 ml dan dilarutkan ke dalam larutan DPPH sebanyak 3,9 ml dan ditunggu selama 30 menit di dalam ruang gelap. Larutan sampel dengan DPPH diuji dengan menggunakan spektrofotometri dengan panjang gelombang 517 nm. Hasil absorbansi dapat dihitung dengan menggunakan rumus aktivitas antioksidan sehingga didapatkan persentase aktivitas antioksidan. Data penelitian aktivitas antioksidan dapat dilihat pada Tabel 5. dan grafik dapat dilihat pada Gambar 5.

Dari data yang didapatkan terjadi penurunan aktivitas antioksidan pada ketiga suhu (20°C, 30°C dan 40°C). W0 persentase aktivitas antioksidan sebesar 90.969%, untuk W8 pada suhu 20°C sebesar 90.937%, suhu 30°C sebesar 90.547% dan suhu 40°C sebesar 90.179%. Penurunan aktivitas antioksidan pada sampel kristalisasi oleoresin biji pala sesuai dengan teori Suryaningrum (2006) yang mengatakan bahwa semakin tinggi paparan suhu terhadap sampel maka akan terjadi penurunan aktivitas antioksidan. Senyawa antioksidan lemah terhadap paparan oksigen, cahaya, suhu tinggi dan pengeringan. Persentase aktivitas antioksidan yang didapatkan pada penelitian ini tergolong tinggi karena terdapat pada rentang >90%, hal ini dikarenakan kandungan gula yang digunakan untuk proses kristalisasi mempengaruhi peningkatan kadar *myristicin* yang terdapat pada oleoresin biji pala (Rahman et al., 2017)

4.2. Karakteristik Fisik Kristalisasi Oleoresin Biji Pala Selama Penyimpanan

4.2.1. Bulk Density

Bulk density atau densitas kamba sering digunakan sebagai acuan untuk penyimpanan produk dalam kemasan (jenis kemasan), volume alat dalam proses pembuatan dan kondisi dalam pendistribusian produk (Dogan et al., 2016). *Bulk density* merupakan perbandingan berat bahan terhadap volume ruang yang ditempati (Atmaka and Amanto, 2010). *Bulk density* produk diukur dengan cara mengisi gelas ukur 5ml dengan produk kristalisasi kemudian ditimbang, berat sampel yang didapatkan dibagi dengan volume gelas ukur sehingga didapatkan hasil densitas. Data yang didapatkan selama penelitian dapat dilihat pada Tabel 3.

Dan grafik dapat dilihat pada Gambar 3. Dari data yang didapatkan, *bulk density* pada W0 adalah 0,597 gr/ml dan pada W8 untuk suhu 20°C sebesar 0,619; suhu 30°C sebesar 0,577 gr/ml titik tertinggi nilai *bulk density* pada suhu 30°C ada pada W7 sebesar 0,662 gr/ml; dan suhu 40°C sebesar 0,684 gr/ml.

Data penelitian yang didapatkan sesuai dengan teori. Partikel sampel kristalisasi oleoresin biji pala berukuran kecil, sehingga luas permukaan sampel kristalisasi semakin besar. Luas permukaan sampel yang besar akan memudahkan penyerapan kandungan air yang ada pada lingkungan sekitar sampel. Kadar air dapat mempengaruhi penggumpalan sampel (Chitprasert et al., 2006), sehingga semakin meningkatnya kadar air yang terdapat pada sampel maka nilai *bulk density* juga akan meningkat. Chitprasert et al. (2006) juga mengatakan gula pasir yang menjadi bahan dasar proses kristalisasi oleoresin biji pala juga mempengaruhi tingkat penggumpalan pada sampel.

4.2.2. Kemampuan Pembasahan

Kemampuan pembasahan merupakan waktu yang dibutuhkan untuk membasahi seluruh produk bubuk menggunakan *distilled water* suhu 27°C (Shittu, 2007). Untuk meneliti kemampuan pembasahan sampel, produk kristalisasi disiapkan sebanyak 5gram dan dibasahi dengan menggunakan 50 ml air, kemudian waktu dihitung hingga sampel terbasahi sepenuhnya (Bhandari, 2000 dalam Hartoyo & Sundandar, 2006). Hasil penelitian dapat dilihat pada Tabel 4. dan untuk grafik dapat dilihat pada Gambar 4. Dari data yang didapatkan selama penelitian, waktu pembasahan produk kristalisasi oleoresin biji pala adalah W0 1.38s, pada W7 suhu 20°C selama 2.59s, suhu 30°C selama 1,22s dan suhu 40°C selama 2,11s. Waktu yang dibutuhkan untuk membasahi produk selama waktu penyimpanan mengalami kenaikan, hal ini sesuai dengan teori yang ada. Kemampuan pembasahan (*wettability*) dapat dipengaruhi oleh ukuran partikel pada sampel dan kandungan gula. Semakin tinggi kandungan gula pada produk dapat mengurangi waktu pembasahan yang dibutuhkan (Shittu, 2007). Shittu (2007) juga mengatakan ukuran partikel berpengaruh terhadap waktu pembasahan produk, semakin kecil ukuran partikel produk waktu pembasahan yang dibutuhkan semakin sedikit. Teori ini memperkuat hasil analisa yang didapatkan, karena rentang waktu pembasahan yang didapatkan antara 1,38s sampai 2,59s. Kenaikan waktu penyimpanan pada sampel disebabkan partikel sampel semakin membesar karena adanya penyerapan air ke dalam produk yang dapat

menyebabkan penggumpalan atau perubahan ukuran partikel pada sampel (Chitprasert et al., 2006).

4.3. Pendugaan Umur Simpan

Parameter persentase kadar air dan a_w merupakan faktor yang dapat mempengaruhi umur simpan dari produk kristalisasi oleoresin biji pala. Faktor lain yang dapat mempengaruhi umur simpan adalah suhu dan RH lingkungan penyimpanan produk (Dattatreya et al., 2007). Beberapa faktor yang dapat mempengaruhi umur simpan suatu produk seperti reaksi kimia, reaksi biologis dan reaksi enzimatik (Priadi et al., 2019). Dalam penelitian pendugaan umur simpan produk kristalisasi oleoresin biji pala, digunakan 3 suhu penyimpanan berbeda yaitu 20°C, 30°C dan 40°C dengan RH lingkungan 75% yang dibantu dengan larutan NaCl. Metode dalam mencapai pendugaan umur simpan digunakan metode ASLT (*Accelerated Shelf Life Testing*). Umur simpan merupakan jarak waktu dari produksi hingga konsumsi dimana kualitas produk seperti rasa, aroma, penampilan, tekstur dan nilai gizi masih berada pada kondisi yang baik dan memuaskan (Diniyah and Subagio, 2015).

Perhitungan umur simpan dengan metode *Arrhenius* dimulai dengan menentukan ordo 0 dan ordo 1 terlebih dahulu. Untuk menentukan ordo dilakukan penghitungan nilai R^2 yang didapatkan dari penjumlahan nilai R^2 pada grafik regresi kadar air dan a_w yang dapat dilihat pada gambar 1. dan gambar 2. Parameter kadar air menggunakan ordo 1 karena nilai R^2 ordo 1 $>$ R^2 ordo 0. Parameter a_w menggunakan ordo 0 karena nilai R^2 ordo 0 $>$ R^2 ordo 1, sehingga mengikuti persamaan ordo 0. Persamaan R^2 untuk menentukan penggunaan ordo 0 atau ordo 1 dapat dilihat pada tabel 7. untuk parameter kadar air dan tabel 9. untuk parameter a_w . Langkah selanjutnya setelah mengetahui ordo yang akan dipakai dilakukan penentuan nilai konstanta penurunan mutu (k). Nilai k merupakan slope yang dapat dilihat pada tabel 12.

Dari data penelitian yang didapatkan semakin tinggi suhu penyimpanan produk maka umur simpan produk semakin pendek. Hal ini sesuai dengan teori Dattatreya (2007) yang mengatakan semakin meningkat suhu penyimpanan suatu produk maka umur simpan produk akan berkurang. Pada parameter kadar air yang menggunakan persamaan ordo 1, umur simpan produk pada suhu 20°C adalah 274 minggu, pada suhu 30°C adalah 200 minggu, dan untuk suhu 40°C adalah 149 minggu. Parameter a_w menggunakan persamaan ordo 0 dan umur simpan

produk pada suhu 20°C adalah 3 minggu, untuk suhu 30°C dan untuk suhu 40°C dapat disimpan hingga 2 minggu.

Energi aktivasi adalah besar energi minimum yang dibutuhkan agar suatu reaksi dapat berjalan. Energi aktivasi yang semakin rendah akan menyebabkan reaksi yang semakin cepat dan kerusakan yang terjadi pada sampel semakin cepat (Priadi et al., 2019). Setiap parameter dihitung energi aktivasinya agar dapat mengetahui tinggi rendahnya energi aktivasi pada penelitian. Nilai energi aktivasi yang didapatkan pada penelitian ini dapat dilihat pada tabel 12. Nilai energi aktivasi dapat diketahui melalui perhitungan nilai *slope* yang dikalikan dengan nilai konstanta gas ($1.986 \text{ kal.K}^{-1}.\text{mol}^{-1}$). Nilai energi aktivasi yang didapatkan pada penelitian untuk parameter kadar air sebesar 5573.709 kkal/mol dan untuk parameter a_w sebesar 1092.3993 kkal/mol. Grafik yang menunjukkan nilai *slope* dari masing – masing parameter dapat dilihat pada gambar 6. untuk kadar air dan gambar 7. untuk parameter a_w .

