

ANALISIS KORELASI ANTAR VARIABEL RESPON PADA EKSTRUSI CAMPURAN PATI DAN D-LIMONEN TERENKAPSULASI DALAM PROTEIN SUSU

Sri Yuliani¹, Peter J. Torley² dan Bhesh R. Bhandari²

¹Balai Besar Penelitian dan Pengembangan Pascapanen Pertanian

²The University of Queensland

Mikroenkapsulasi bahan perisa menawarkan solusi masalah penambahan bahan perisa pada produk-produk ekstrusi. Kunci keberhasilannya adalah pemilihan teknik mikroenkapsulasi yang tepat. Proses ekstrusi melibatkan panas, geseran dan tekanan yang tinggi sehingga diperlukan bahan pengkapsul tertentu yang dapat melindungi bahan perisa yang secara kimiawi bersifat labil. Teknik pengendapan protein merupakan teknik mikroenkapsulasi yang potensial untuk diterapkan pada bahan perisa untuk produk-produk ekstrusi karena bahan pengkapsulnya yang berasal dari protein susu (natrium kaseinat) bersifat tahan panas, tidak larut air dan aman untuk dikonsumsi. Penelitian dilakukan menggunakan d-limonen sebagai model bahan perisa dan pati jagung sebagai bahan dasar produk ekstrusi. Ekstrusi dilakukan dengan ekstruder berulir ganda pada lima taraf suhu maksimum ekstruder (125, 129, 135, 141 dan 145°C), kecepatan putar ulir (145, 151, 160, 169 dan 175 rpm) dan persentase penambahan kapsul (0,00, 1,01, 2,50, 3,99 dan 5,00%). Hasil penelitian menunjukkan dengan teknik ini diperoleh retensi bahan perisa yang cukup tinggi (37,1 - 81,5% dengan rata-rata 67,5%). Keberadaan kapsul mempengaruhi sifat reologi lelehan bahan umpan yang mengubah kinerja ekstruder dan karakteristik produk. Penambahan kapsul 0-2% menurunkan tekanan, torsi, energi mekanik spesifik dan nisbah ekspansi, sedangkan penambahan kapsul 3-5% memberikan respon sebaliknya. Sebaliknya, retensi bahan perisa meningkat dengan penambahan kapsul 0-2% dan menurun dengan penambahan kapsul 3-5%. Beberapa variabel respon terpilih (tekanan lelehan pada ujung keluaran ekstruder, torsi, energi mekanik spesifik, retensi bahan perisa, nisbah ekspansi dan kekerasan produk) memiliki korelasi satu sama lain yang unik. Tekanan berkorelasi positif dengan nisbah ekspansi, sedangkan nisbah ekspansi berkorelasi negatif dengan retensi bahan perisa dan kekerasan produk.

Kata kunci: mikroenkapsulasi, ekstrusi, retensi bahan perisa, reologi, ekspansi, tekstur

ABSTRACT. Sri Yuliani, Peter J. Torley and Bhesh R. Bhandari. 2006. *Correlation analysis of response variables on the extrusion of mixtures of starch and D-limonene encapsulated in milk protein.* Flavour microencapsulation offers solutions for flavouring problems in extruded snack food industries. The key factor for the functionality of this technology is the right choice of microencapsulation technique. The capsules should provide flavour protections against high temperature, pressure and shear during extrusion. Protein Precipitation is a promising encapsulation technique for snack food extrusion application as the encapsulating material, sodium caseinate, is heat stable, water-insoluble and food approved. In this experiment, d-limonene was used as a flavour model, and the capsules were added to the extruder feed material (corn starch). A twin screw extruder was used to evaluate the effect of capsule level of addition (0 to 5%), barrel temperature (125 to 145°C) and screw speed (145 to 175 rpm) on extruder operation, flavour retention and extrudate properties. This present study demonstrated a moderate to high d-limonene retention (37.1 to 81.5% with the average of 67.5%). The presence of capsules influenced the rheological behaviour of the starch melt that modified the extruder operation, flavour retention and extrudate properties. Increasing capsule level from 0 to 2% resulted in a decrease in die pressure, torque, specific mechanical energy (SME) and expansion ratio, while increasing capsule level from 3 to 5% gave inverse responses. On the other hand, flavour retention went up with the increase in capsule level from 0 to 2% and went down with the increase in capsule level from 3 to 5%. Unique relationships among the selected response variables (die pressure, torque, specific mechanical energy, flavour retention, expansion ratio and extrudate hardness) were observed. Die pressure correlated positively with expansion ratio, while expansion ratio had inverse correlations with flavour retention and extrudate hardness.

Keywords: microencapsulation, extrusion, flavour retention, rheology, expansion, texture

PENDAHULUAN

Penambahan bahan perisa masih merupakan masalah dalam industri makanan ringan produk ekstrusi karena sifat bahan perisa yang mudah menguap dan secara kimiawi tidak stabil. Ekstrusi merupakan proses yang melibatkan panas, geseran dan tekanan tinggi sehingga bahan perisa yang ditambahkan dapat mengalami kerusakan panas,

oksidasi, polimerisasi dan reaksi dengan bahan lain yang tidak diinginkan. Selain itu, bahan perisa akan menguap pada saat produk mengalami ekspansi karena terjadinya penurunan tekanan secara mendadak dari tekanan tinggi di dalam ekstruder ke tekanan atmosfer pada ujung keluaran ekstruder. Penguapan tersebut dapat mengakibatkan hilangnya sekitar 90% bahan perisa yang ditambahkan (Maga, 1989; Nair *et al.*, 1994; Riha dan Ho,

1996; Camire, 2000). Oleh karena itu, bahan perisa pada umumnya ditambahkan pada produk setelah proses ekstrusi. Walaupun telah digunakan secara luas dalam industri makanan ringan, teknik ini memiliki banyak kekurangan seperti dibutuhkan bahan perisa dalam jumlah yang besar, distribusi bahan perisa yang tidak merata dan risiko teroksidasinya bahan perisa pada permukaan produk. Selain itu, teknik ini memerlukan penambahan minyak atau lemak sebagai perekat bahan perisa pada permukaan produk sehingga produk yang dihasilkan tidak dikehendaki konsumen karena berkadar lemak tinggi (Maga, 1989). Oleh karena itu, diperlukan teknik penambahan bahan perisa yang efektif dan memenuhi selera konsumen.

Teknologi mikroenkapsulasi menawarkan solusi yang potensial untuk diterapkan pada bahan perisa untuk produk-produk ekstrusi. Mikroenkapsulasi merupakan teknologi pembungkusan suatu bahan dalam bahan lainnya dalam ukuran yang sangat kecil (0,2-2000 μm) dan bahan tersebut dapat dilepaskan dari dalam kapsul dalam kondisi tertentu sesuai dengan keinginan (Sparks, 1981; King, 1995). Dengan teknik ini, suatu bahan dapat terlindung dari pengaruh lingkungan yang tidak menguntungkan seperti kerusakan akibat panas, oksidasi, cahaya, penguapan, kontaminasi dengan bahan lain serta reaksi-reaksi lain yang tidak diinginkan. Penerapannya untuk produk ekstrusi memerlukan kriteria tersendiri karena kapsul tersebut juga mengalami proses ekstrusi pada suhu, geseran dan tekanan tinggi yang dapat mengakibatkan hancurnya kapsul dan lepasnya bahan aktif yang berada di dalamnya. Bahan pengkapsul harus tahan panas dan tidak larut bersama lelehan bahan di dalam ekstruder sehingga bahan aktif yang dikapsulkan akan tetap terlindung dan tertinggal di dalam produk (Bhandari et al., 2001).

Beberapa penelitian penerapan mikroenkapsulasi bahan perisa untuk produk ekstrusi telah dilakukan, namun jumlahnya sangat terbatas. Sebuah percobaan menggunakan β -cyclodextrin sebagai bahan pengkapsul dan β -ionon sebagai model bahan perisa dilaporkan dapat meningkatkan retensi bahan perisa di dalam produk walaupun kehilangan bahan perisa selama ekstrusi masih tinggi (90%) (Crouzet et al., 1984). Sebuah penelitian lain yang juga menggunakan β -cyclodextrin sebagai bahan pengkapsul dan limonen sebagai model bahan perisa menunjukkan peningkatan retensi bahan perisa hingga sekitar 30% dibandingkan dengan tanpa mikroenkapsulasi (hingga 6,7%) (Sadafian dan Crouzet, 1988). Retensi bahan perisa yang lebih tinggi (hingga mencapai 100%) dilaporkan oleh Kollengode dan Hanna (1997) dalam penelitiannya menggunakan β -cyclodextrin untuk mengenkapsulasi beberapa senyawa bahan perisa seperti *cinnamaldehyde*, *eugenol*, *nonanoic acid* dan 3-

octanone. Namun demikian, penelitian tersebut dilakukan pada suhu yang relatif terlalu rendah (100°C) untuk diterapkan dalam produksi makanan ringan. Sebuah penelitian terbaru dengan β -cyclodextrin yang dilakukan pada suhu yang lebih realistis (hingga 167°C) memberikan retensi d-limonen yang memuaskan (rata-rata 92,2%) (Yuliani et al., 2005). Penelitian-penelitian tersebut menunjukkan, bahwa penerapan teknologi mikroenkapsulasi pada bahan perisa untuk produk ekstrusi memberikan solusi yang menjanjikan.

Penggunaan β -cyclodextrin sebagai bahan pengkapsul bahan perisa untuk produk ekstrusi memberikan hasil yang memuaskan. β -cyclodextrin merupakan pati termodifikasi yang tersusun dari tujuh senyawa *glucopyranose* dan berbentuk kerucut terpancung. Bagian dalam molekulnya bersifat hidrofobik, sedangkan bagian luarnya bersifat hidrofilik. Senyawa bahan perisa yang sebagian besar bersifat non-polar akan terinklusi di dalam kerucut yang berukuran 0,65 nm dan tertahan di dalamnya melalui ikatan hidrofobik. Senyawa ini memiliki stabilitas panas yang tinggi dan dilaporkan dapat bertahan pada pemanasan hingga 200°C tanpa menyebabkan lepasnya senyawa yang terinklusi di dalamnya (Pagington, 1986; Reineccius and Risch, 1986; Szente dan Szejtli, 1986). Selain itu, senyawa ini, jika dalam keadaan menginklusi senyawa lain, bersifat tidak larut dalam air (Lindner et al., 1981). Sifat-sifat inilah yang menjadikan β -cyclodextrin, melalui teknik inklusi molekuler, sangat ideal sebagai pengkapsul bahan perisa untuk produk-produk ekstrusi (Yuliani et al., 2004).

Walaupun β -cyclodextrin memiliki berbagai keunggulan, senyawa ini masih menjadi bahan diskusi mengenai keamanannya untuk dikonsumsi manusia. β -cyclodextrin dilaporkan bersifat toksik walaupun beberapa negara di Eropa dan Jepang mengizinkan senyawa ini digunakan untuk produk pangan (Qi dan Hedges, 1995). Amerika Serikat, melalui serangkaian pengujian yang dilakukan oleh FDA, baru-baru ini mengizinkan konsumsi senyawa ini dalam jumlah yang sangat terbatas (2%) (Szente dan Szejtli, 2004). Australia merupakan salah satu negara yang belum mengizinkan penggunaan senyawa ini untuk produk pangan. Isu-isu tersebut membuat pencarian alternatif teknik mikroenkapsulasi dan bahan pengkapsul yang aman untuk dikonsumsi sangat diperlukan.

Salah satu alternatif teknik mikroenkapsulasi yang potensial untuk dikembangkan adalah pengendapan protein. Teknik ini dikembangkan pertama kali oleh kelompok peneliti di jurusan Food Sciences and Technology, The University of Queensland, Australia (Tan, 1997; Begum et al., 2005). Dalam teknik ini, senyawa yang berasal dari protein susu (natrium kaseinat) digunakan sebagai bahan pengkapsul. Natrium kaseinat

dilaporkan memiliki ketahanan panas yang cukup tinggi (hingga 140°C) dan tidak larut dalam air (Varnam dan Sutherland, 1994; Singh, 1995) serta aman untuk dikonsumsi sehingga senyawa ini berpotensi untuk diterapkan sebagai bahan pengkapsul bahan perisa untuk produk-produk ekstrusi.

Dalam teknik pengendapan protein, bahan perisa dikapsulkan pada titik isoelektrik protein, yaitu titik dimana total muatan gugus fungsional protein menjadi nol. Pada titik tersebut kaseinat akan mengalami pengendapan dan mengenkapsulasi bahan perisa yang telah diemulsifikasikan ke dalamnya. Penggunaan kapsul ini memberikan retensi bahan perisa dalam produk ekstrusi yang cukup baik (37,1-81,5% dengan rata-rata 67,5%) (Yuliani *et al.*, 2006)

Keberadaan kapsul dalam campuran bahan umpan ekstrusi dapat mempengaruhi sifat-sifat reologi lelehan bahan di dalam ekstruder, yang pada gilirannya akan mempengaruhi sifat fisik dan fungsional produk. Bahan kapsul yang berupa protein dapat berinteraksi dengan bahan dasar produk yang berupa pati. Gugus-gugus hidrofilik protein seperti -OH, -NH₂, -COOH dan -SH dapat berinteraksi dengan amilopektin membentuk jaringan massa yang kontinyu (Goel *et al.*, 1999; Fernandez-Gutierrez *et al.*, 2004). Selain itu, bahan perisa yang lepas dari dalam kapsul selama proses ekstrusi dapat berinteraksi dengan pati melalui reaksi kompleksasi inklusi (Osman-Ismail dan Solms, 1973; Solms *et al.*, 1973; Staeger *et al.*, 1987; Rustchmann dan Solms, 1990; Godshall dan Solms, 1992; Langourieux dan Crouzet, 1994; Conde-Petit dan Escher, 1995; Nuessli *et al.*, 1997; Escher *et al.*, 2000; Boutboul *et al.*, 2002; Wulff *et al.*, 2005) yang juga akan mempengaruhi sifat-sifat reologi lelehan. Yuliani *et al.* (2006) menemukan adanya perubahan-perubahan kinerja ekstruder serta sifat fisik dan fungsional produk dengan keberadaan kapsul kaseinat di dalam campuran bahan umpan. Profil tekanan dan torsi ekstruder bervariasi dengan berubahnya jumlah kapsul di dalam bahan umpan. Tekanan dan torsi menurun dengan meningkatnya jumlah kapsul yang ditambahkan, mencapai titik minimum pada penambahan kapsul sekitar 2–3%, lalu kembali meningkat dengan meningkatnya jumlah penambahan kapsul hingga 5%. Variabel respon lain seperti retensi bahan perisa, karakteristik ekspansi produk, kekerasan, indeks kelarutan dan absorpsi air serta distribusi waktu tinggal lelehan pati di dalam ekstruder juga bervariasi dengan berubahnya jumlah kapsul yang ditambahkan ke dalam campuran bahan umpan. Dalam penelitian tersebut tampak adanya korelasi di antara variabel respon yang bersifat unik dan menarik untuk dikaji. Sebagai contoh, peningkatan retensi bahan perisa diikuti oleh penurunan nisbah ekspansi produk dan sebaliknya. Hal ini menunjukkan, bahwa peningkatan

mutu di satu sisi diikuti oleh penurunan mutu di sisi lainnya. Oleh karena itu diperlukan pengendalian variabel proses untuk mendapatkan kondisi proses yang optimal bagi perbaikan mutu produk.

Tulisan ini berisi analisis korelasi antar variabel respon terpilih (kinerja ekstruder, retensi bahan perisa, ekspansi dan tekstur produk) pada ekstrusi campuran pati dan d-limonen terenkapsulasi dalam natrium kaseinat. Kajian ini bertujuan untuk memberikan informasi yang akan menjadi masukan bagi pengendalian variabel proses ekstrusi untuk menghasilkan produk dengan karakteristik yang sesuai dengan keinginan.

BAHAN DAN METODE

Penelitian dilaksanakan di laboratorium Food Sciences and Technology dan Chemical Engineering, The University of Queensland, Australia pada tahun 2004-2005.

Bahan dan alat

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini berupa minyak d-limonen (Orange Terpen 07231 TT, Quest International, Smithfield, New South Wales, Australia) sebagai model bahan perisa, natrium kaseinat (Germatown International Limited, Botany, New South Wales, Australia) sebagai bahan pengkapsul, asam sitrat sebagai pengatur pH mikroenkapsulasi, pati jagung (*unmodified corn starch* 3401C, Penford Australia, Nortfield) sebagai bahan dasar produk ekstrusi, akuades dan bahan-bahan lain untuk analisis.

Alat-alat yang digunakan berupa ekstruder ulir ganda (Prism Eurolab KX16 *co-rotating twin screw extruder* (Thermo Prism, Staffordshire, UK)) yang dilengkapi dengan pengumpan volumetrik berulir tunggal (*single screw volumetric feeder* KX16 Powder feeder, Brabender Technologie, Duisburg, Germany), pompa peristaltik (L/S 7523) dengan pipa Tygon Lab 13 (diameter dalam 0,8 mm, Masterflex, Cole-Parmer Instrument Company, Illinois, USA), emulsifikator Silverson (model L2R, Silverson Machine Ltd, Bucks, England), *planetary mixer* KitchenAid (Model K45SS, KitchenAid Inc. Michigan, USA) untuk pembuatan mikrokapsul, *planetary mixer* (Hobart D-300, Hobart Co., Troy, Ohio, USA) untuk pencampuran bahan umpan, pengering unggun terfluidakan (*fluidised bed dryer*), *hammer mill* dan alat-alat lain untuk analisis.

Metode

Penelitian ini terdiri atas tiga kegiatan utama, yaitu mikroenkapsulasi, ekstrusi dan analisis serta karakterisasi produk.

1. Mikroenkapsulasi

Mikroenkapsulasi dilakukan menggunakan teknik pengendapan protein yang disadur dari penelitian Begum *et al.* (2005). Teknik ini terdiri atas beberapa tahapan, yaitu pembuatan emulsi, pengendapan, pengeringan dan pengecilan ukuran.

Natrium kaseinat (200 g) dicampurkan dengan air hangat (1800 g, 60°C) menggunakan emulsifikator Silverson pada kecepatan pengadukan 8500 rpm untuk menghasilkan 10% b/b campuran. Setelah didinginkan pada suhu kamar, 30 g d-limonen diemulsifikasikan ke dalamnya menggunakan emulsifikator yang sama. Emulsifikasi dihentikan setelah ukuran *droplet* d-limonen mencapai 2 mm (diuji dengan mikroskop). Emulsi selanjutnya dicampur dengan tetesan-tetesan asam sitrat 5% menggunakan *planetary mixer* Kitchen Aid hingga terjadi pengendapan (pH 4,3-4,6). Endapan yang diperoleh selanjutnya ditempatkan di atas tiga lapis kain saring dan dicuci dengan akuades hingga pH kembali netral. Setelah pencucian, endapan dihamparkan dengan ketebalan 10-15 mm di atas kertas serap untuk mengurangi kandungan air sebelum dilakukan pengeringan. Pengeringan dilakukan menggunakan pengering unggun terfluidakan pada suhu 35°C dan laju alir udara minimum (0,446 m³/s) selama 2 jam. Endapan kering selanjutnya digiling menggunakan *hammer mill* untuk menghasilkan bubuk kapsul berukuran 500 µm. Bubuk kapsul yang dihasilkan kemudian dikeringkan lebih lanjut dengan pengering unggun terfluidakan selama 15 menit pada suhu dan laju alir udara yang sama. Kandungan d-limonen dalam kapsul tersebut adalah 6,83%, yang diukur dengan metoda hidrodistilasi *Clavenger* (Bhandari *et al.*, 1999).

2. Ekstrusi

Kegiatan ekstrusi terdiri atas tiga tahap, yaitu persiapan bahan umpan, proses ekstrusi dan pengambilan sampel.

- Persiapan bahan umpan

Pati jagung dicampurkan dengan bubuk kapsul (0-5%) menggunakan *planetary mixer* pada kecepatan pengadukan terendah (putaran dalam 82 rpm dan putaran luar 36 rpm) selama 15 menit.

- Percobaan ekstrusi

Ekstruder berulir ganda yang digunakan dalam penelitian ini berdiameter 16 mm dengan nisbah panjang dan diameter (*L/D ratio*) 40:1. Ekstruder tersebut terdiri atas 10 bagian yang masing-masingnya dilengkapi dengan elemen pemanas. Bahan diumpankan pada bagian pertama ekstruder, sedangkan air diumpankan pada bagian ketiga. Ujung keluaran ekstruder (*die*) mempunyai dua lubang cetakan berukuran 2 mm dan panjang 8 mm. Tekanan lelehan di dalam ujung ekstruder (*die pressure*) diukur

dengan *pressure transducer* (Terwin, Nottinghamshire, UK) yang dipasang pada ujung keluaran ekstruder. Torsi motor, kecepatan ulir, laju umpan, suhu ekstruder dan tekanan lelehan dipantau dengan program Prismdde (Sysmac-SCS version 2.2, Omron Corporation, UK).

Bahan umpan berupa campuran pati jagung dan bubuk kapsul (0-5%) diumpankan pada bagian pertama ekstruder menggunakan pengumpan volumetrik berulir tunggal pada laju 15-16 g/menit. Air diinjeksikan pada *port* ketiga ekstruder menggunakan pompa peristaltik pada laju 5 g/menit. Suhu maksimum ekstruder ditetapkan pada rentang 125-145°C, sedangkan kecepatan putar ulir ditetapkan pada rentang 145-175 rpm sesuai dengan perlakuan yang dikehendaki. Profil suhu pada 10 bagian ekstruder disajikan pada Gambar 1.

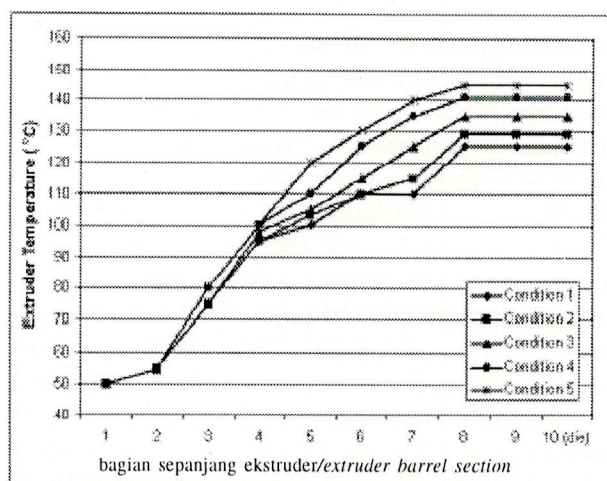
- Pengambilan sampel

Sampel diambil pada keadaan tunak, yaitu keadaan dimana torsi motor dan tekanan lelehan menunjukkan besaran yang stabil. Sampel untuk analisis bahan perisa ditempatkan segera di dalam kantong plastik *Cryovac* (*co-extruded high barrier pouches*, Holmes Packaging, New Zealand), ditutup rapat dan disimpan pada suhu -20°C. Sampel untuk analisis lainnya (nisbah ekspansi dan kekerasan) dikeringkan dengan oven vakum pada suhu 60°C selama 24 jam lalu dimasukkan ke dalam kantong plastik *Cryovac* dan disimpan pada suhu ruang. Diagram alir percobaan ekstrusi disajikan pada Gambar 2.

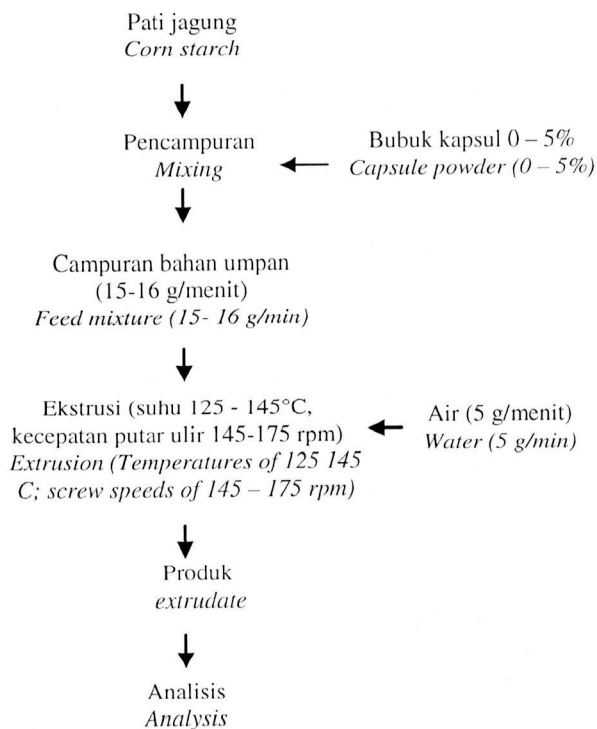
3. Analisis dan karakterisasi produk

- Energi mekanik spesifik (*specific mechanical energy* (SME))

SME merupakan ukuran kerja yang dilakukan oleh ekstruder untuk memproses bahan di dalamnya. SME dihitung menggunakan persamaan 1 (Frame, 1994):



Gambar 1. Diagram profil suhu di sepanjang ekstruder
Figure 1. Temperature profile along extruder barrel



Gambar 2. Diagram alir percobaan ekstrusi
Figure 2. Flow chart of extrusion experiment

$$\text{SME} = \frac{\text{Input Energi Mekanik}}{\text{Laju Masa}} = \frac{N_{\text{act}}}{N_{\text{max}}} \times \frac{T_{\text{act}}}{T_{\text{max}}} \times \frac{K_w}{Q}$$

Persamaan (1)

Dimana:

N_{act} = kecepatan putar ulir nyata (rpm)

N_{max} = kecepatan ulir maksimum (rpm)

T_{act} = Torsi nyata (Nm)

T_{max} = Torsi maksimum (Nm)

K_w = daya motor (kW)

Q = laju input (kg/detik)

- Ekstraksi dan kuantifikasi bahan perisa

Ekstraksi bahan perisa dari produk ekstrusi (*extrudate*) dilakukan menggunakan metoda Distilasi-Ekstraksi Simultan [*Simultaneous Distillation-Extraction (SDE)*] yang dimodifikasi dari metoda Likens dan Nickerson (1964) sesuai dengan ukuran contoh bahan. Alat yang digunakan menyerupai sokhlet berlengan ganda dengan kondenser dan pipa pemisah air-pelarut berbentuk huruf U di antara kedua lengan tersebut. Lengan pertama dihubungkan dengan labu distilasi berisi air dan sampel, sedangkan lengan kedua dihubungkan dengan labu ekstraksi berisi pelarut. Labu pertama dipanaskan dengan jaket pemanas, sedangkan labu kedua dipanaskan dengan penangas air. Sampel produk (70 g) didistilasi dengan air (700 ml) selama 3 jam dan uap yang dihasilkan secara simultan diekstraksi

dengan uap pelarut diklorometan (100 ml). Ekstrak bahan perisa terkumpul pada labu pelarut dan selanjutnya dipekatkan menggunakan evaporator vakum. Sisa pelarut kemudian diuapkan di bawah aliran gas nitrogen. Untuk setiap perlakuan, ekstraksi dilakukan sebanyak lima kali. Retensi bahan perisa dihitung menggunakan persamaan (2):

Retensi bahan perisa =

$$\frac{\text{berat perisa yang diperoleh dari ekstraksi}}{\text{berat awal bahan perisa dalam campuran umpan}} \times 100\%$$

Jumlah bahan perisa dalam umpan adalah 689,8; 1707,4; 2725,0 dan 3414,8 ppm pada tingkat penambahan kapsul masing-masing 1,01; 2,50; 3,99 dan 5,00%.

- Nisbah ekspansi produk

Ekspansi radial ditentukan dengan mengukur diameter produk menggunakan jangka sorong digital. Nisbah ekspansi dihitung sebagai diameter produk dibagi dengan diameter ujung keluaran ekstruder (2 mm). Pengukuran dilakukan sebanyak 20 kali untuk setiap sampel.

- Kekerasan produk

Tekstur produk dinyatakan dengan kekerasan bahan yang diukur dengan uji lengkung tiga titik (*three-point bend test*) menggunakan *texture analyser* (TA-XT2, Stable Micro Systems, UK) yang dilengkapi dengan program Texture Expert for Windows (version 1.0, Stable Micro Systems, UK). Sebatang sampel berukuran panjang 50 mm diletakkan di atas penyangga sampel lalu dipecahkan dengan sebilah pisau tumpul yang digerakkan secara otomatis dengan kecepatan awal 5,0 mm/detik. Kecepatan pisau pada saat pengujian adalah 0,1 mm/detik dengan jarak penetrasi pisau ke dalam produk 1,0 mm. Gaya maksimum yang dibutuhkan untuk memecahkan sampel kemudian dicatat. Pengukuran dilakukan sebanyak 20 kali untuk setiap perlakuan. Kekerasan produk dihitung dengan cara membagi gaya maksimum dengan luas penampang lintang sampel (N/mm^2).

4. Rancangan percobaan dan analisis data

Percobaan ini terdiri atas tiga variabel proses (suhu maksimum ekstruder, kecepatan putar ulir dan persentase penambahan kapsul) dengan lima taraf pada masing-masing variabelnya, yaitu suhu maksimum ekstruder (125, 129, 135, 141 dan 145°C), kecepatan putar ulir (145, 151, 160, 169 dan 175 rpm) dan persentase penambahan kapsul (0,00; 1,01; 2,50; 3,99 dan 5,00%). Rancangan percobaan yang digunakan berupa *central composite-uniform precision design* (Gardiner dan Gettinby, 1998). Dengan rancangan ini, unit percobaan berjumlah 20 buah, enam di antaranya merupakan ulangan pada titik tengah percobaan (*center point*). Struktur rancangan percobaan disajikan

pada Tabel 1. Variabel respon yang diukur berupa kinerja ekstruder (tekanan, torsi dan SME), retensi bahan perisa serta karakteristik fisik produk (nisbah ekspansi dan tekstur).

Response Surface Methodology diterapkan untuk membentuk model regresi polinomial orde kedua yang menyatakan karakteristik produk (variabel respon) sebagai fungsi dari variabel proses. Data diolah menggunakan metoda kuadrat terkecil dengan prosedur RSREG dari program SAS (*SAS system for windows version 8.2*; SAS Institute Inc., North Carolina, USA, 2001), dengan persamaan umum sebagai berikut:

$$Y = b_0 + b_T T + b_S S + b_C C + b_{TT} T^2 + b_{SS} S^2 + b_{CC} C^2 + b_{TS} TS + b_{TC} TC + b_{SC} SC \quad (3)$$

Dimana:

Y = variabel respon

b_0 = konstanta

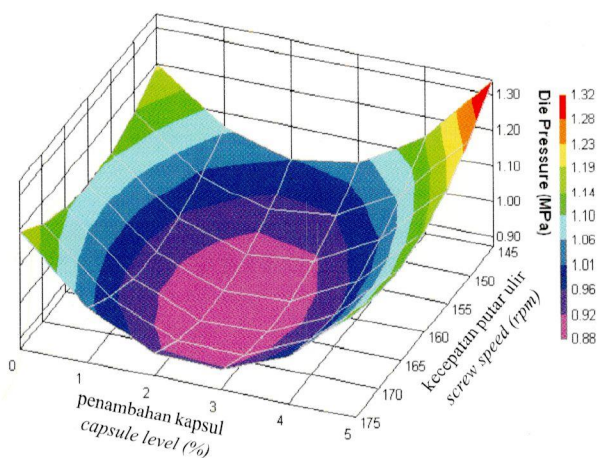
$b_1, \dots, b_3$ = koefisien penduga

T = variabel suhu

S = variabel kecepatan putar ulir

C = variabel persentase penambahan kapsul

Model yang diperoleh selanjutnya disederhanakan dengan membuang suku-suku yang tidak signifikan menggunakan teknik eliminasi mundur (*backward elimination technique*) (Mendenhall dan Sincich, 2003). Kurva *response surface* dibuat menggunakan program Dplot versi 1.9.7 (Hydesoft Computing Inc., Vicksburg, Mississippi, USA, 2001).



Gambar 3. Pengaruh penambahan kapsul dan kecepatan putar ulir pada tekanan lelehan bahan di ujung keluaran ekstruder, diprediksi pada suhu ekstruder 135°C

Figure 3. Effect of capsule level of addition and screw speed on die pressure, predicted at extrusion temperature of 135°C

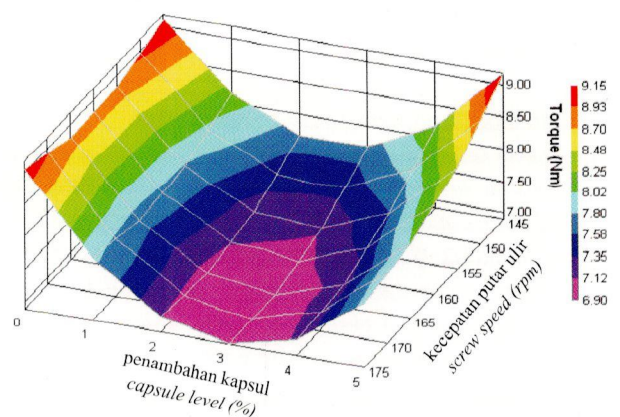
Korelasi antar variabel respon dianalisis pada titik tengah suhu ekstruder (135°C) dan kecepatan putar ulir (160 rpm) untuk semua rentang persentase penambahan kapsul (0-5%). Variabel respon pada kombinasi titik-titik tersebut diprediksi menggunakan persamaan regresi yang telah disederhanakan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil pengukuran variabel respon dalam penelitian ini disajikan dalam bentuk persamaan regresi yang telah disederhanakan dan kurva-kurva *surface plot* untuk memudahkan interpretasi data dan pembahasan. Analisis keragaman (ANOVA) dan koefisien regresi untuk tiap persamaan disajikan pada Tabel 2, sedangkan koefisien korelasi antar variabel respon disajikan pada Tabel 3.

A. Kinerja Ekstruder (Tekanan, Torsi dan SME)

Kinerja ekstruder yang berupa tekanan lelehan pada ujung keluaran ekstruder, torsi dan SME mempunyai *trend* yang sama (Gambar 3-5). Besaran ketiga variabel respon tersebut menurun dengan meningkatnya penambahan kapsul ke dalam campuran umpan dari 0-2%, mencapai titik minimum pada penambahan kapsul 2-3%, lalu meningkat dengan penambahan kapsul lebih lanjut dari 3-5%, untuk semua rentang kecepatan putar ulir dan suhu ekstruder yang dicobakan. Profil kinerja ekstruder yang unik tersebut dapat disebabkan oleh adanya protein kasein dari kapsul dan d-limonen yang lepas dari dalam kapsul yang mengubah reologi lelehan campuran bahan di dalam ekstruder.



Gambar 4. Pengaruh penambahan kapsul dan kecepatan putar ulir pada torsi ekstruder, diprediksi pada suhu ekstruder 135°C

Figure 4. Effect of capsule level of addition and screw speed on torque, predicted at extrusion temperature of 135°C

Tabel 1. Struktur rancangan percobaan ekstrusi dengan kapsul kaseinat

Table 1. Structure of experimental design for sodium caseinate capsule extrusion

No. Unit Run No.	Kode Variabel Proses Coded Process Variables			Variabel Proses Process Variables		
	X1	X2	X3	Suhu Maksimum Extruder (°C) Maximum Barrel Temperature (°C)	Kecepatan Putar Ulir (rpm) Screw Speed (rpm)	Persentase Penambahan Kapsul (%) Capsule Level (%)
1	-1	-1	-1	129	151	1,01
2	-1	-1	+1	129	151	3,99
3	-1	+1	-1	129	169	1,01
4	-1	+1	+1	129	169	3,99
5	+1	-1	-1	141	151	1,01
6	+1	-1	+1	141	151	3,99
7	+1	+1	-1	141	169	1,01
8	+1	+1	+1	141	169	3,99
9	-1,68	0	0	125	160	2,50
10	+1,68	0	0	145	160	2,50
11	0	-1,68	0	135	145	2,50
12	0	+1,68	0	135	175	2,50
13	0	0	-1,68	135	160	0,00
14	0	0	+1,68	135	160	5,00
15	0	0	0	135	160	2,50
16	0	0	0	135	160	2,50
17	0	0	0	135	160	2,50
18	0	0	0	135	160	2,50
19	0	0	0	135	160	2,50
20	0	0	0	135	160	2,50

Pada penambahan kapsul 0-2%, d-limonen yang terlepas dari dalam kapsul diduga memberikan efek pelumasan pada lelehan bahan sehingga dapat menurunkan viskositas lelehan dan menurunkan tekanan, torsi serta SME. Peningkatan penambahan kapsul akan meningkatkan pula jumlah protein kasein di dalam lelehan yang dapat berinteraksi dengan pati. Interaksi gugus fungsional protein (-OH, -NH₂, -COOH dan -SH) dengan amilopektin akan menghasilkan suatu jaringan massa kontinyu yang dapat meningkatkan viskositas lelehan bahan di dalam ekstruder. Hal serupa ditemukan pula oleh Goel *et al.* (1999) dan Fernandez-Gutierrez *et al.* (2004) dalam penelitian mereka dengan pati jagung dan kasein serta hidrolisat kasein. Peningkatan viskositas akibat pembentukan jaringan massa ini tampaknya melebihi efek pelumasan yang diberikan oleh d-limonen sehingga menyebabkan peningkatan tekanan, torsi dan SME.

B. Nisbah Ekspansi

Pengaruh penambahan kapsul terhadap nisbah ekspansi produk juga mempunyai *trend* yang sama dengan kinerja ekstruder (Gambar 6). Nisbah ekspansi menurun dengan bertambahnya persentase kapsul dari 0-2%, mencapai titik

minimum pada penambahan kapsul 2-3%, lalu meningkat pada penambahan kapsul dari 3-5%. Pada persentase kapsul yang rendah, adanya d-limonen yang lepas dari dalam kapsul dapat mengurangi nisbah ekspansi produk. Efek lubrikasi yang diberikan oleh d-limonen dapat menghambat pemecahan pati secara mekanis di dalam ekstruder sehingga mengurangi derajat pemasakan atau gelatinisasi pati di dalam ekstruder, yang selanjutnya dapat berakibat pada turunnya derajat ekspansi produk (Lin *et al.*, 1997). Kollengode (1996) juga menemukan hal yang serupa pada percobaan ekstrusi pati dan 3-oktanon. Adanya 3-oktanon, suatu senyawa model bahan perisa, menyebabkan rendahnya ekspansi radial produk dibandingkan dengan tanpa adanya senyawa tersebut.

Pada persentase kapsul lebih dari 3%, pengaruh adanya protein tampaknya lebih dominan dalam mengubah reologi lelehan. Pembentukan jaringan massa akibat berinteraksinya protein dengan amilopektin dapat meningkatkan viskositas lelehan, yang selanjutnya dapat mempengaruhi ekspansi produk. Dalam mekanismenya, ekspansi produk berawal dari pembentukan nukleus atau bakal gelembung yang selanjutnya akan mengembang karena adanya distilasi kilat akibat turunnya tekanan

secara mendadak ketika produk keluar dari dalam ekstruder (Kokini *et al.*, 1992; Fan *et al.*, 1994; Della Valle *et al.*, 1997; Campanella *et al.*, 2002; Vergnes *et al.*, 2003). Viskositas lelehan yang rendah akan membentuk dinding gelembung yang tipis sehingga gelembung mudah pecah karena tidak sanggup menahan tekanan uap di dalamnya. Pecahnya gelembung tersebut berakibat pada turunnya derajat ekspansi produk. Pada viskositas lelehan yang lebih tinggi, dinding gelembung yang terbentuk lebih tebal dan kuat sehingga dapat menyangga tekanan uap di dalamnya. Keberadaan gelembung yang dapat dipertahankan hingga produk mengering akan menghasilkan derajat ekspansi yang tinggi.

Nisbah ekspansi produk mempunyai korelasi positif yang sangat kuat dengan tekanan lelehan pada ujung keluaran ekstruder (koefisien korelasi = 1,0) (Gambar 7). Hal ini menunjukkan, bahwa perbedaan tekanan (DP) merupakan pemicu (*driving force*) ekspansi produk, yang sejalan dengan teori yang diusulkan oleh Kokini (1992). Korelasi ini juga mengindikasikan bahwa ekspansi produk dapat dikendalikan dengan mengatur besarnya perbedaan tekanan. Dalam industri makanan ringan, ekspansi produk yang tinggi merupakan hal yang dikehendaki. Hal ini dapat dicapai dengan menetapkan kondisi proses ekstrusi yang menghasilkan tekanan tinggi, yaitu penggunaan kapsul dalam persentasi yang sangat rendah (<2%) atau sangat tinggi (>3%).

Tabel 2. Koefisien regresi dan ANOVA variabel respon

Table 2. Regression coefficient ANOVA of response variables

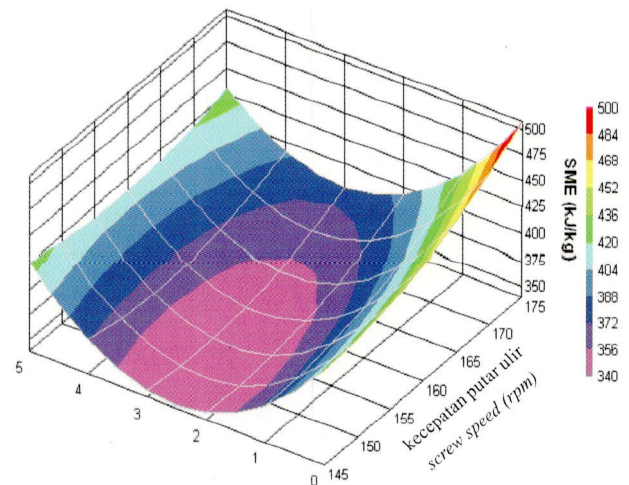
Koefisien Coefficient	Tekanan Die Pressure	Torsi Torque	SME SME	Retensi Bahan Perisa Flavour Retention	Nisbah Ekspansi Expansion Ratio	Kekerasan Hardness
Intercept β_0	1,73930***	46,42000***	365,49000***	8,20300 NS	3,10950***	212,54000***
Linier						
β_1	TS, NS	TS, NS	TS, NS	TS, NS	TS, NS	-2,88000***
β_2	TS, NS	TS, NS	TS, NS	TS, NS	TS, NS	TS, NS
β_3	TS, NS	TS, NS	TS, NS	TS, NS	TS, NS	-5,63000***
Kuadratik Quadratic						
β_{11}	0,00060**	0,00800**	0,09000**	TS, NS	TS, NS	0,01000***
β_{22}	0,00040***	0,00600**	0,08000***	TS, NS	0,00005***	TS, NS
β_{33}	0,04080***	0,01700***	13,94000***	-6,00900**	0,04764***	0,18000***
Interaksi Interaction						
β_{12}	-0,00110***	-0,01400**	-0,16000**	TS, NS	-0,00011***	TS, NS
β_{13}	TS, NS	TS, NS	TS, NS	0,55500***	TS, NS	0,03000***
β_{23}	-0,00120***	-0,03500***	-0,49000***	-0,23600*	-0,00141***	TS, NS
R^2	0,76000	0,89000	0,91000	0,50000	0,85000	0,96000
P	***	***	***	***	***	***

Keterangan/Remarks: TS, tidak signifikan/NS, not significant

*Signifikan pada tingkat $p \leq 0,10$ / *Significant at $p \leq 0,10$ level

**Signifikan pada tingkat $p \leq 0,05$ / **Significant at $p \leq 0,05$ level

***Signifikan pada tingkat $p \leq 0,01$ / ***Significant at $p \leq 0,01$ level



Gambar 5. Pengaruh penambahan kapsul dan kecepatan putar ulir pada SME, diprediksi pada suhu ekstruder 135°C

Figure 5. Effect of capsule level of addition and screw speed on SME, predicted at extrusion temperature of 135°C

C. Tekstur (Kekerasan Produk)

Kekerasan produk mempunyai *trend* yang agak berbeda dibandingkan dengan variabel respon yang telah dibahas sebelumnya (Gambar 8). Kekerasan produk menurun dengan meningkatnya penambahan kapsul, dengan penurunan terbesar pada suhu ekstrusi yang rendah. Hal ini berhubungan dengan mekanisme ekspansi produk. Efek pelumasan yang memberikan viskositas lelehan yang rendah akan memudahkan pertumbuhan dan ekspansi gelembung walaupun pada akhirnya akan pecah.

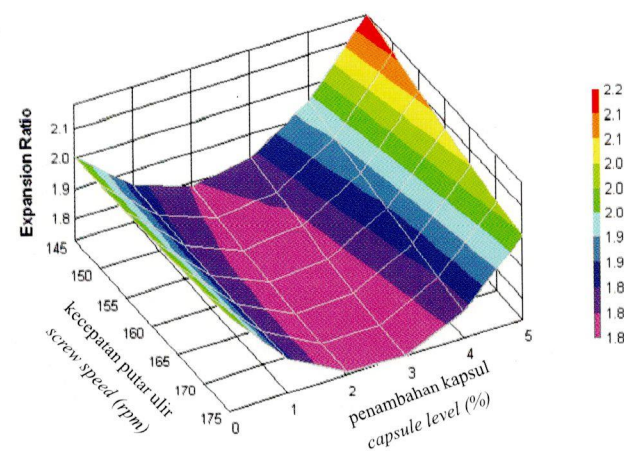
Tabel 3. Koefisien korelasi antar variabel respon

Table 3. Correlation coefficient among response variables

Variabel Respon Response Variables	Torsi Torque	SME SME	Retensi Bahan Perisa Flavour Retention	Nisbah Ekspansi Expansion Ratio	Kekerasan Hardness
- Tekanan Die Pressure	0,86	0,82	-0,60	1,00	0,31
- Torsi Torque		1,00	-0,92	0,86	0,75
- SME SME			-0,95	0,82	0,80
- Retensi Bahan Perisa Flavour Retention				-0,59	-0,95
- Nisbah Ekspansi Expansion Ratio					0,30

Pecahnya gelembung-gelembung tersebut dapat menyebabkan lemahnya struktur produk dan memberikan tingkat kekerasan yang rendah. Meningkatnya ekspansi produk pada persentasi penambahan kapsul yang lebih tinggi berkontribusi dalam memberikan ruang-ruang kosong di dalam produk yang dapat menurunkan tingkat kekerasan produk.

Kekerasan produk berkorelasi positif dengan tekanan dan nisbah ekspansi (Gambar 9), walaupun korelasinya lemah (koefisien korelasi masing-masing 0,31 dan 0,30). Hal ini dapat dimengerti karena efek pelumasan d-limonen dan efek interaksi protein dan amilopektin sama-sama memberikan kontribusi bagi penurunan kekerasan produk. Tingkat kekerasan yang rendah akan memberikan produk yang renyah sehingga disukai konsumen, yang dapat dicapai dengan penambahan kapsul dalam jumlah yang besar.

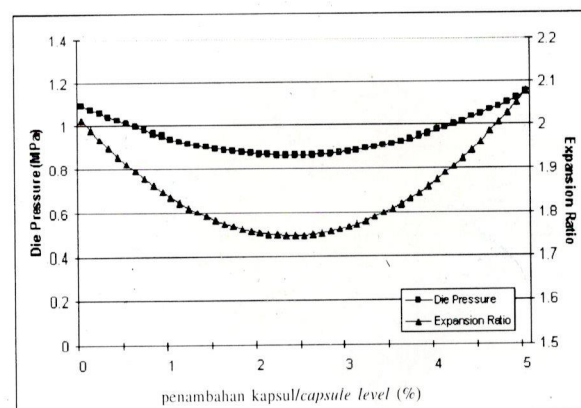


Gambar 6. Pengaruh penambahan kapsul dan kecepatan putar ulir pada nisbah ekspansi produk, diprediksi pada suhu ekstruder 135°C

Figure 6. Effect of capsule level of addition and screw speed on expansion ratio, predicted at extrusion temperature of 135°C

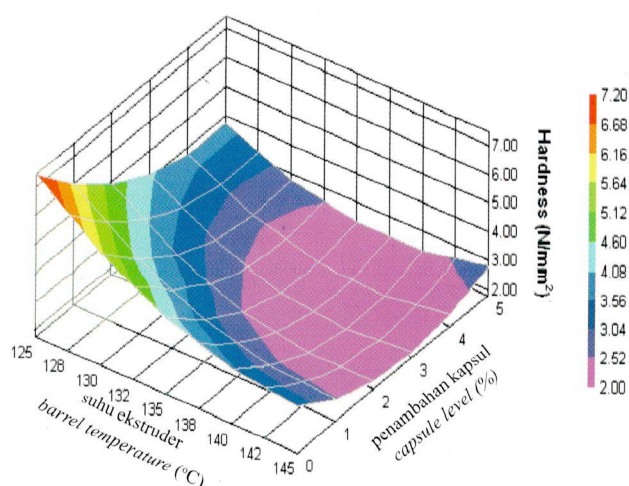
D. Retensi Bahan Perisa

Retensi bahan perisa menunjukkan *trend* yang berlawanan dengan kinerja ekstruder. Peningkatan penambahan kapsul dari 1-3% memberikan peningkatan retensi bahan perisa, sedangkan penambahan selanjutnya dari 3-5% diikuti oleh penurunan retensi bahan perisa (Gambar 10). Pada penambahan kapsul 1-3%, keberadaan d-limonen yang terlepas dari kapsul, melalui efek pelumasannya, menurunkan tekanan lelehan pada ujung keluaran ekstruder. Rendahnya perbedaan tekanan akan mengurangi terjadinya distilasi kilat sehingga jumlah bahan perisa yang menguap bersama uap air akan berkurang pula. Penambahan kapsul lebih lanjut (3-5%) memberikan peningkatan tekanan lelehan pada ujung keluaran ekstruder yang dapat meningkatkan terjadinya distilasi kilat. Distilasi kilat ini merupakan penyebab utama kehilangan bahan perisa pada ujung keluaran ekstruder (Maga, 1989; Nair *et al.*, 1994; Riha dan Ho, 1996; Camire, 2000).



Gambar 7. Hubungan antara tekanan lelehan bahan di ujung keluaran ekstruder dengan nisbah ekspansi produk pada berbagai persentasi penambahan kapsul, diprediksi pada suhu ekstruder 135°C dan kecepatan putar ulir 160 rpm

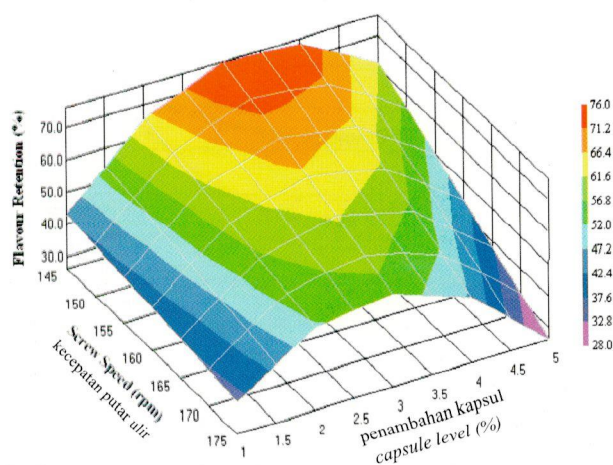
Figure 7. Relationship between die pressure and expansion ratio at various level of capsules, predicted at a barrel temperature of 135°C and screw speed of 160 rpm



Gambar 8. Pengaruh penambahan kapsul dan kecepatan putar ulir pada kekerasan produk, diprediksi pada suhu ekstruder 135°C

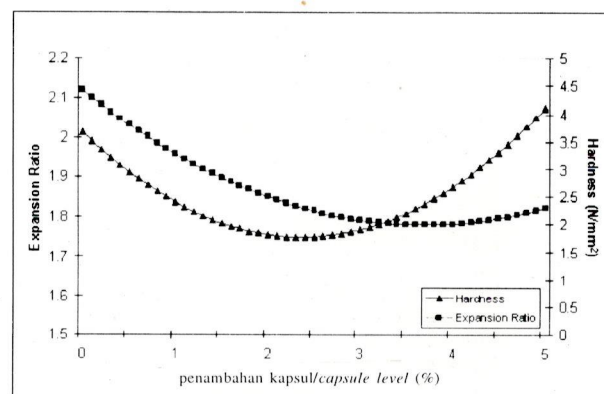
Figure 8. Effect of capsule level of addition and screw speed on extrudate hardness, predicted at extrusion temperature of 135°C

Retensi bahan perisa juga berkorelasi negatif dengan nisbah ekspansi dan kekerasan produk (koefisien korelasi masing-masing -0,59 dan -0,95). Hal ini menarik untuk dikaji karena ekspansi dan kekerasan produk merupakan parameter mutu makanan ringan yang penting. Penambahan kapsul ke dalam campuran bahan umpan bertujuan untuk meningkatkan retensi bahan perisa yang dapat dicapai dengan menambahkan sekitar 2-3% kapsul dimana pada kondisi tersebut tekanan lelehan mencapai titik terendah. Peningkatan retensi bahan perisa yang diikuti dengan penurunan kekerasan produk merupakan dua hal yang dikehendaki sehingga pengendalian kondisi proses untuk mencapai keduanya tidak menjadi masalah.



Gambar 10. Pengaruh penambahan kapsul dan kecepatan putar ulir pada retensi bahan perisa, diprediksi pada suhu ekstruder 135°C

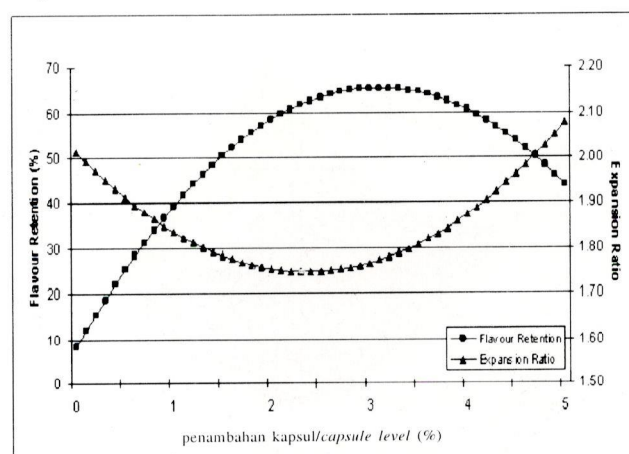
Figure 10. Effect of capsule level of addition and screw speed on flavour retention, predicted at extrusion temperature of 135°C



Gambar 9. Hubungan antara nisbah ekspansi dan kekerasan produk pada berbagai persentase penambahan kapsul, diprediksi pada suhu ekstruder 135°C dan kecepatan putar ulir 160 rpm

Figure 9. Relationship between expansion ratio and extrudate hardness at various level of capsules, predicted at a barrel temperature of 135°C and screw speed of 160 rpm

Berbeda dengan kekerasan produk, peningkatan retensi bahan perisa diikuti oleh penurunan ekspansi (Gambar 11) karena kurangnya perbedaan tekanan sebagai pemicu ekspansi. Penambahan kapsul <2% dan >3% untuk menghasilkan perbedaan tekanan yang tinggi bagi berlangsungnya proses ekspansi tidak lagi dapat dianjurkan karena berakibat pada rendahnya retensi bahan perisa. Untuk mendapatkan retensi bahan perisa dan ekspansi produk yang maksimal diperlukan optimasi proses dimana berbagai kompromi perlu dipertimbangkan. Optimasi proses ini akan menghasilkan retensi bahan perisa yang memadai dengan karakteristik ekspansi produk yang dapat diterima konsumen.



Gambar 11. Hubungan antara retensi bahan perisa dan nisbah ekspansi produk pada berbagai persentase penambahan kapsul, diprediksi pada suhu ekstruder 135°C dan kecepatan putar ulir 160 rpm

Figure 11. Relationship between flavour retention and expansion ratio at various level of capsules, predicted at a barrel temperature of 135°C and screw speed of 160 rpm

KESIMPULAN

1. Mikroenkapsulasi bahan perisa dengan menggunakan teknik pengendapan protein memberikan retensi bahan perisa hingga 81,5% sehingga teknik ini dapat merupakan alternatif pengganti teknik inklusi molekular menggunakan *b-cyclodextrin*.
2. Peningkatan persentase penambahan kapsul 0-2% menurunkan tekanan, torsi, SME dan nisbah ekspansi, sedangkan peningkatan penambahan kapsul 3-5% meningkatkan besaran-besaran variabel respon tersebut. Nisbah ekspansi berkorelasi positif dengan tekanan, yang menunjukkan, bahwa tekanan merupakan pemicu terjadinya ekspansi. Kekerasan produk secara umum menurun dengan meningkatnya persentase penambahan kapsul, yang mengindikasikan adanya perbaikan tekstur dengan keberadaan kapsul.
3. Retensi bahan perisa mempunyai *trend* yang berlawanan dengan tekanan, torsi, SME dan nisbah ekspansi. Peningkatan persentase penambahan kapsul 1-2% secara umum meningkatkan retensi bahan perisa dan menurunkan nisbah ekspansi produk, sedangkan peningkatan persentase penambahan kapsul 3-5% memberikan penurunan retensi bahan perisa dan peningkatan nisbah ekspansi produk. Optimasi proses perlu dilakukan untuk mendapatkan produk dengan retensi bahan perisa yang maksimal dan sifat ekspansi serta kekerasan produk yang memadai.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis menyampaikan terima kasih kepada A/Prof. Bhesh Bhandari, Dr. Peter Torley, dan Dr. Bruce D'Arcy dari jurusan Food Sciences and Technology serta Dr. Timothy Nicholson dari jurusan Chemical Engineering, The University of Queensland, yang telah memberikan bimbingan dan dukungan selama menjalani penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonymous. 2005. Patchouli essential oil information. http://www.essentialoils.co.za/essential_oils/patchouli.htm. jam 12.04 tanggal 16 Maret 2005.
- Begum, S., B. D'Arcy and B. Bhandari. 2005. "Microencapsulation of lemon oil by precipitation method to produce water insoluble capsules." *Journal of Agricultural and Food Chemistry (submitted)*.
- Bhandari, B. R., B. R. D'Arcy and I. Padukka. 1999. "Encapsulation of lemon oil by paste method using B-cyclodextrin: encapsulation efficiency and profile of oil volatiles." *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 47: 5194-5197.
- Bhandari, B. R., B. R. D'Arcy and G. Young. 2001. "Flavour retention during high temperature short time extrusion cooking process: a review." *International Journal of Food Science and Technology* 36: 453-461.
- Boutboul, A., P. Giampaoli, A. Feigenbaum and V. Ducruet. 2002. "Influence of nature and treatment of starch on aroma retention." *Carbohydrate Polymers* 47: 73-82.
- Camire, M. E. 2000. Chemical and nutritional changes in food during extrusion. *Extruders in Food Application*. M. N. Riaz. Pennsylvania, Technomic Publishing Company, Inc.: 127-148.
- Campanella, O. H., P. X. Li, K. A. Ross and M. R. Okos. 2002. The role of rheology in extrusion. *Engineering and food for the 21st century*. J. Welti-Chanes, G. V. Barbosa-Canovas and J. M. Aguilera. Florida, CRC Press: 393-413.
- Conde-Petit, B. and F. Escher. 1995. "Complexation induced changes of rheological properties of starch systems at different moisture levels." *Journal of Rheology* 39(6): 1497-1518.
- Crouzet, J., A. Sadafian and H. Chouvel. 1984. Retention des composés volatiles au cours de la cuisson-extrusion. *Thermal Processing and Quality of Foods*. P. Zeuthen. London, Elsevier Applied Science Publisher: 212-216.
- Della Valle, G., B. Vergnes, P. Colonna and A. Patria. 1997. "Relations between rheological properties of molten starches and their expansion behaviour in extrusion." *Journal of Food Engineering* 31: 277-296.
- Escher, F., J. Nuessli and B. Conde-Petit. 2000. Interactions of flavor compounds with starch in food processing. *Flavour Release*. D. D. Roberts and A. J. Taylor. Washington, DC., ACS Symposium Series 763: 231-245.
- Fan, J., J. R. Mitchell and J. M. V. Blanshard. 1994. "A computer simulation of the dynamics of bubble growth and shrinkage during extrudate expansion." *Journal of Food Engineering* 23: 337-356.
- Fernandez-Gutierrez, J. A., E. S. Martin-Martinez, F. Martinez-Bustos and A. Cruz-Orca. 2004. "Physicochemical properties of casein-starch interaction obtained by extrusion process." *Starch/Stärke* 56: 190-198.
- Frame, N. D. 1994. *The Technology of Extrusion Cooking*. London, Blackie Academic and Professional.
- Gardiner, W. P. and G. Gettinby. 1998. *Experimental design techniques in statistical practice: a practical software-based approach*. Sussex, Harwood Pub.
- Godshall, M. A. and J. Solms. 1992. "Flavor and sweetener interactions with starch." *Food Technology*: 140-145.
- Goel, P. K., R. S. Singhal and P. R. Kulkarni. 1999. "Studies on interactions of corn starch with casein and casein hydrolysates." *Food Chemistry* 64: 383-389.
- King, A. H. 1995. *Encapsulation in food ingredients: a review of available technology, focusing on hydrocolloids, Encapsulation and Controlled Release of Food Ingredients*. S. J. Risch and G. A. Reineccius. Washington, DC, ACS Symposium Series 590: 26-41.
- Kokini, J. L., C. N. Chang and L. S. Lai. 1992. The role of rheological properties on extrudate expansion. *Food Extrusion Science and Technology*. J. Kokini, C.-T. Ho and M. V. Karwe. New York, Marcel Dekker, Inc.: 631-652.
- Kollengode, A. N. R. and M. Hanna. 1997. "Cyclodextrin complexed flavors retention in extruded starch." *Journal of Food Science* 62(5): 1057-1060.
- Langourieux, S. and J. Crouzet. 1994. "Study of aroma compounds-polysaccharides interactions by dynamic exponential dilution." *Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie* 27: 544-549.
- Likens, S. T. and G. B. Nickerson. 1964. "Detection of certain hop constituents in brewing products." *American Society of Brewing Chemists* 22: 5-13.

- Lin, S., F. Hsieh and H. E. Huff. 1997. "Effects of lipids and processing conditions on degree of starch gelatinization of extruded dry pet food." *Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie* 30: 754-761.
- Lindner, K., L. Szente and J. Szejtli. 1981. "Food flavouring with b-cyclodextrin-complex flavour substances." *Acta Alimentaria* 10(3): 175-186.
- Maga, J. A. 1989. Flavour formation and retention during extrusion. *Extrusion Cooking*. C. Mercier, Linko, P. Harper, J.M. Minnesota, American Association of Cereal Chemists, Inc.: 387-398.
- Mendenhall, W. and T. Sincich. 2003. *A second Course in Statistics: Regression Analysis*. New Jersey, Pearson Education Inc.
- Nair, M., Z. Shi, M. V. Karwe, C.-T. Ho and H. Daun. 1994. Collection and characterisation of volatile compounds released at die during twin screw extrusion of corn flour. *Thermally Generated Flavours: Maillard, Microwave and Extrusion Process*. T. H. Parliment, Morello, M.J., R.J. McGorin. Washington, DC, ACS Symposium Series. 543: 334-347.
- Nuessli, J., B. Sigg, B. Conde-Petit and F. Escher. 1997. "Characterization of amylose-flavour complexes by DSC and X-ray diffraction." *Food Hydrocolloids* 11(1): 27-34.
- Osman-Ismail, F. and J. Solms. 1973. "The formation of inclusion compounds of starches with flavour substances." *Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie* 6(4): 147-150.
- Pagington, J. S. 1986. b-Cyclodextrin and its uses in the flavour industry. *Developments in Food Flavours*. G. G. Birch and M. G. Lindley. London, Elsevier Applied Science: 131-150.
- Qi, Z. H. and A. R. Hedges. 1995. Use of cyclodextrins for flavours. *Flavour Technology: Physical Chemistry, Modification, and Process*. C. T. Ho, C. Tan and C. Tong. Washington, DC, ACS Symposium Series 610: 231-243.
- Reineccius, G. A. and S. J. Risch. 1986. "Encapsulation of artificial flavours by b-cyclodextrin." *Perfumer & Flavorist* 11: 2-6.
- Riha, W. E. and C.-T. Ho. 1996. "Formation of flavors during extrusion cooking." *Food Review International* 12(3): 351-373.
- Rustchmann, M. A. and J. Solms. 1990. "Formation of inclusion complexes of starch with different organic compounds. III. Study of ligand binding in binary model systems with (-) limonene." *Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie* 23: 80-83.
- Sadafian, A. and J. Crouzet. 1988. Aroma compounds retention during extrusion cooking. *Frontiers of Flavour*. G. Charalambous. Westport, Elsevier Science Publisher: 623-637.
- Singh, H. 1995. Heat-induced changes in casein, including interactions with whey proteins. *Heat-induced Changes in Milk*. P. F. Fox. Brussels, International Dairy Federation: 86-104.
- Solms, J., F. Osman-Ismail and M. Beyeler. 1973. "The interaction of volatiles with food components." *Canadian Institute of Food Science and Technology* 6: A10-A16.
- Sparks, R. E. 1981. Microencapsulation. *Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemistry and Technology*. M. Grayson and E. David. New York, John Wiley & Sons. 15: 470.
- Staeger, G., F. Escher and J. Solms. 1987. Formation of starch inclusion compounds during extrusion cooking. *Frontiers of Flavor*. G. Charalambous. Chalkidiki, Elsevier Science Publishers B.V., Amsterdam: 639-654.
- Szente, L. and J. Szejtli. 1986. "Molecular encapsulation of natural and synthetic coffee flavour with b-cyclodextrin." *Journal of Food Science* 51(4): 1024-1027.
- Szente, L. and J. Szejtli. 2004. "Cyclodextrin as food ingredients." *Trends in Food Science & Technology* 15: 137-142.
- Tan, C. W. 1997. Flavour encapsulation via precipitation technique. *Faculty of Applied Science*. Gatton, Gatton College, The University of Queensland.
- Varnam, A. H. and J. P. Sutherland. 1994. *Milk and Milk Products*. London, Chapman & Hall.
- Vergnes, B., G. Della Valle and P. Colonna. 2003. Rheological properties of biopolymers and applications to cereal processing. *Characterization of Cereals and Flours*. G. Kaletunc and K. J. Breslauer. New York, Marcel Dekker, Inc.: 209-265.
- Wulff, G., G. Avgenaki and M. S. P. Guzmán. 2005. "Molecular encapsulation of flavours as helical inclusion complexes of amylose." *Journal of Cereal Science* 41: 239-249.
- Yuliani, S., B. Bhandari, R. Rutgers and B. D'Arcy. 2004. "Application of microencapsulated flavour to extrusion product." *Food Review International* 20(2): 163-185.
- Yuliani, S., P. J. Torley, B. D'Arcy, T. Nicholson and B. Bhandari. 2005. "Extrusion of mixtures of starch and d-limonene encapsulated with b-cyclodextrin: Flavour retention and physical properties." *Food Research International* 39(3): 318-331.
- Yuliani, S., P. J. Torley, B. D'Arcy, T. Nicholson and B. Bhandari. 2006. "Effect of extrusion parameters of flavour retention, functional and physical properties of mixtures of starch and d-limonene encapsulated in milk protein." *International Journal of Food Science and Technology* Accepted.