

Pengoptimuman Proses Pengeringan Semburan Gelatin dengan Menggunakan Kaedah Sambutan Permukaan

(Optimisation of the Gelatine Spray Drying Process using Response Surface Methodology)

N. MOHD SUHIMI & A. WAHAB MOHAMMAD*

ABSTRAK

Proses pengeringan adalah proses akhir dalam penghasilan gelatin. Kaedah tradisi yang diaplikasi dalam industri adalah lebih rumit berbanding dengan kaedah pengering sembur. Serbuk gelatin dapat diperoleh dengan proses pengering sembur, tetapi jarang digunakan kerana dikhuatiri kualiti gelatin yang terhasil akan terjejas disebabkan proses degradasi protein. Objektif kajian ini adalah mendapatkan keadaan optimum penghasilan serbuk gelatin dengan menggunakan kaedah sambutan permukaan (RSM). Gelatin komersial jenis B (berkekuatan gel dalam julat 151-160) diperbuat daripada tulang lembu dan pengering sembur skala pandu digunakan dalam kajian ini. Pemboleh ubah tak bersandar yang diambil kira ialah kepekatan suapan larutan gelatin (6%(w/w) – 15%(w/w)) dan suhu pengoperasian (150°C-170°C). Pemboleh ubah bersandar yang diambil kira ialah peratus penghasilan, kandungan lembapan dan kekuatan gel serbuk gelatin. Keputusan uji kaji menunjukkan bahawa perbezaan kepekatan larutan suapan dan suhu masukan memberi kesan kepada ketiga-tiga sambutan tersebut di atas dengan faktor kepekatan larutan suapan adalah faktor utama yang memberi kesan kepada peratus penghasilan serbuk gelatin. Semakin tinggi kepekatan suapan, semakin berkurang peratus penghasilan. Serbuk gelatin yang dihasilkan mempunyai kekuatan Bloom di antara 149 – 173 dan ia tidak jauh berbeza dengan kekuatan Bloom gelatin komersial yang digunakan. Keadaan optimum yang diperoleh daripada analisis RSM ialah kepekatan suapan 9.23% (w/w) dan suhu masukan 170°C dengan penghasilan serbuk gelatin yang diperoleh ialah 22.15% dengan kandungan lembapan 3.81% dan kekuatan gel 168.5. Sisi nilai daripada nilai ramalan ialah 0.09% bagi peratus penghasilan, 3.05% bagi kandungan lembapan dan 0.78% bagi kekuatan gel.

Kata kunci: Gelatin; kaedah sambutan permukaan; pengering sembur

ABSTRACT

Drying process is a final process in the production of gelatine. Traditional method applied in the industry is more complicated to operate compared with spray drying method. Gelatine powder can be obtained by the spray drying process. However it is rarely used because it might lead to lower quality of gelatine due to protein degradation. The objective of this work was to optimize the production of gelatine powder from spray drying using response surface methodology (RSM). Commercial type B gelatine (bloom strength 151-160) from cattle bones and pilot-scale spray dryer was used in this study. Two independent variables were considered namely feed concentration (6% (w/w) – 15% (w/w)) and inlet temperature (150°C-170°C). The dependent variables were yield, moisture content and gel strength of gelatine powder. The results showed that different feed concentration and inlet temperature affect all three responses where feed concentration was the main factor affecting the yield of gelatine powder. The higher the feed concentration of gelatine, the lower the resulting yields. The gelatine powder produced has Bloom strength between 149 and 173 which was slightly lower than the Bloom strength of commercial gelatine. The optimum conditions obtained from RSM analysis were feed concentration 9.23% (w/w) and inlet temperature of 170°C where the yield of gelatine produce was 22.15% with moisture content 3.81% and gel strength 168.5. It was found that deviation from the predicted value was 0.09% for yield, 3.05% for moisture content and 0.78% for gel strength.

Keywords: Gelatine; response surface methodology; spray drying

PENGENALAN

Gelatin ialah protein yang diperoleh daripada proses hidrolisis separa kolagen. Kolagen ialah komponen protein utama pada kulit, tulang dan tisu-tisu penghubung badan binatang (Mark 2003; Othmer 1979). Ia mempunyai kelebihan daripada segi membentuk kekuatan, gel lutsinar dan filem fleksibel yang mudah dicerna dan mudah larut

dalam air panas. Ia juga mempunyai kebolehan untuk membentuk ikatan positif seterusnya menjadikan ia sebagai satu bahan penting dalam pemprosesan makanan, farmasi, fotograf dan pembuatan kertas.

Dalam industri pemprosesan gelatin, proses pengeringan adalah langkah terakhir yang perlu diberi perhatian untuk menentukan mutu gelatin yang dihasilkan.

Terdapat pelbagai alat pengeringan yang digunakan dalam industri pemprosesan gelatin seperti pengering sembur, pengering pengelek, pengering kelompok, pengering band dan pengering lapisan terbendalir (Hinterwaldner 1977). Pengering yang biasa digunakan di dalam industri ialah pengering band dan pengering lapisan terbendalir dengan gelatin yang dihasilkan adalah dalam bentuk hablur. Pengering sembur yang digunakan dalam kajian ini merupakan satu alternatif dalam proses pengeringan gelatin untuk menghasilkan gelatin dalam bentuk serbuk yang halus.

Pengeringan sembur ialah satu teknik pemprosesan larutan terampai yang menggunakan pengabusan cecair untuk mewujudkan titisan-titisan yang halus dikeringkan kepada serbuk kering apabila diproses dengan medium pengeringan gas panas, biasanya udara (Filkova et al. 2007). Pada masa ini, pengeringan sembur adalah proses yang biasa digunakan dalam industri makanan dan tenusu, farmaseutik, agrokimia, bahan kimia berat dan ringan, detergen, pigmen, produk bioteknologi dan seramik (Bhandari et al. 2008). Keadaan operasi dan reka bentuk pengering bergantung kepada ciri-ciri pengeringan produk dan spesifikasi serbuk yang dikehendaki (Walton 2000).

Di dalam industri pemprosesan gelatin, proses pengeringan dijalankan selepas proses pensterilan gelatin. Proses pengeringan tradisional yang diaplikasi dalam industri adalah lebih rumit kerana larutan gelatin yang telah dipekat dan disteril, perlu disejukkan untuk membentuk gel terlebih dahulu sebelum dikeringkan. Teknologi pengeringan gelatin dengan menggunakan pengering sembur kebanyakannya diaplikasikan dalam penghasilan gelatin hidrolisat (Schrieber & Gareis 2007). Tetapi kaedah ini belum berjaya mencapai penggunaan yang luas secara komersial dalam industri gelatin kerana masalah seperti degradasi gelatin dan serbuk gelatin yang halus akan memberikan luas permukaan besar yang menyebabkan serbuk gelatin tersebut sukar dilarutkan. Masalah ini boleh diatasi dengan meminimumkan degradasi gelatin semasa proses pengeringan sembur dengan mencari pengoperasian yang optimum. Parameter pengoperasian yang optimum perlu dicari untuk mendapatkan serbuk gelatin yang berkualiti baik. Proses pengeringan ini dijalankan dengan menggunakan reka bentuk pengering sembur yang bersesuaian kerana reka bentuk pengering juga mempengaruhi ciri-ciri produk yang dihasilkan (Walton 2000). Kualiti produk yang dikeringkan dengan pengering sembur juga dipengaruhi oleh parameter pengoperasian pengering sembur (Chegini & Ghobadian 2005).

Objektif utama kajian ini adalah untuk menentukan keadaan proses yang optimum dalam penghasilan serbuk gelatin tersebut menggunakan proses pengeringan semburan. Proses pengoptimuman ini dilakukan dengan menggunakan kaedah sambutan permukaan atau pun RSM. Selain itu, kajian ini juga dilakukan untuk melihat sama ada pengering sembur boleh atau tidak digunakan dalam proses pengeringan gelatin. Keputusan dan pengetahuan baru yang didapati dalam kajian ini boleh dimanfaatkan dalam industri penghasilan gelatin.

BAHAN DAN KAEDAH

BAHAN KAJIAN

Gelatin jenis B hasil daripada sumber tulang lembu digunakan dalam kajian ini. Gelatin halal ini diperoleh daripada syarikat Halagel Sdn. Bhd dengan kekuatan gel sebanyak 151 – 160 Bloom. Gelatin yang diperoleh ini adalah gred makanan. Jadual 1 menyenaraikan sifat-sifat fizikal dan kimia bagi gelatin ini.

JADUAL 1. Sifat-sifat fizikal dan kimia gelatin

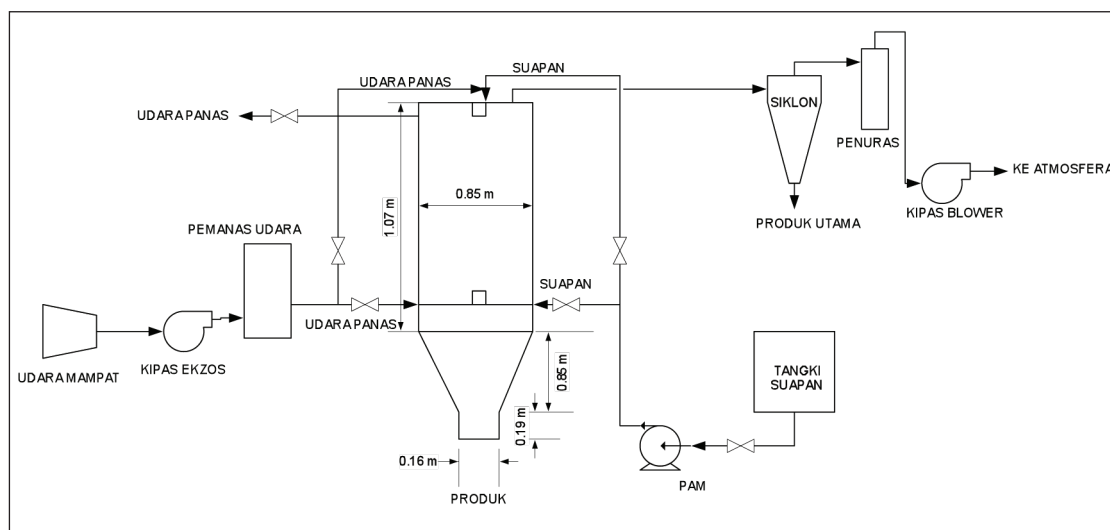
Sifat-sifat fizikal dan kimia	Nilai
Kekuatan gel (Bloom)	151 – 160
Kelikatan	4.99 cP
Warna	Kekuningan
Bentuk	Hablur
Kandungan lembapan	11.85%

PENGERING SEMBUR

Pengering sembur ini boleh dioperasikan dalam aliran udara searah atau berlawanan arah. Untuk kendalian pengaliran udara yang searah, tekanan udara yang digunakan ialah di antara 1-2 bar manakala bagi kendalian aliran udara yang berlawanan arah, tekanan udara yang digunakan ialah 4 bar. Pam peristaltik digunakan untuk mengalirkan larutan suapan gelatin ke alat penyembur di kebuk pengeringan. Manakala proses pengabusan dilakukan dengan pengabus muncung udara menggunakan udara mampat pada 4 bar sebagai gas penyembur. Produk akhir dikumpulkan di dalam bekas yang terletak di bawah siklon. Rajah 1 menunjukkan gambar rajah skematik pengering semburan tersebut.

KEKUATAN GEL ATAU BLOOM

Nilai kekuatan gel gelatin ditentukan dengan mengikut kaedah piawai British Standard Institutions (1975). Kekuatan gel ditakrifkan sebagai tekanan dalam unit gram yang diperlukan untuk menekan sedalam 4 mm oleh alat penekan (plunger). Kekuatan gel yang diberikan adalah dalam unit gram yang bersamaan dengan unit Bloom. Larutan gelatin berkepekatan 6.67% (w/w) disediakan dengan mencampurkan 7.5 g gelatin dengan 105 mL air suling yang telah dipanaskan pada suhu 60°C dalam bekas pengujian piawai yang telah ditetapkan. Campuran ini dikacau secara seragam supaya serbuk gelatin lebih cepat dilarutkan pada suhu 60°C. Seterusnya sampel dibiarkan sejuk selama 10-15 min pada suhu bilik dan dimasukkan ke dalam kukus air kawalan termostatik pada suhu 10°C selama 16-18 jam. Kekuatan gel ditentukan dengan alat Penganalisis Tekstur (Brookfield TexturePro CT) pada jarak tekanan sedalam 4 mm pada kelajuan 0.5 mm per saat.



RAJAH 1. Gambar rajah skematik pengering sembur

KANDUNGAN LEMBAPAN

Kandungan lembapan gelatin ditentukan mengikut kaedah piawai daripada Monograf GME (2000). Mangkuk pijar dikeringkan pada suhu 105°C selama setengah jam. Kemudian mangkuk pijar dibiarkan sejuk selama 15 min di dalam desikator. Jisim mangkuk pijar ditimbang terlebih dahulu. Gelatin lebih kurang 1 g dimasukkan ke dalam mangkuk pijar dan jisimnya ditimbang. Seterusnya gelatin yang telah ditimbang ini dikeringkan di dalam relau selama 16–18 jam pada suhu $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$. Selepas dikeringkan di dalam relau, gelatin tersebut kemudiannya disejukkan di dalam desikator sehingga suhu bilik dan berat gelatin tersebut ditimbang. Seterusnya peratus kandungan lembapan dikira.

PERATUS PENGHASILAN SERBUK GELATIN

Serbuk gelatin kering yang diperoleh bagi setiap larian uji kaji pengeringan sembur ditimbang dengan menggunakan penimbang. Peratus penghasilan serbuk gelatin dikira berdasarkan jisim serbuk gelatin yang diperoleh daripada pengeringan sembur dibandingkan dengan jisim suapan gelatin yang digunakan.

REKA BENTUK UJI KAJI UNTUK PROSES PENGOPTIMUMAN SERBUK GELATIN

Kaedah sambutan permukaan atau RSM merupakan satu kaedah yang berkesan untuk pengoptimuman sesuatu proses (Razali et al. 2010) Dalam kajian ini, proses pengoptimuman penghasilan serbuk gelatin daripada proses pengeringan sembur dilakukan dengan menggunakan RSM. Reka bentuk uji kaji yang digunakan ialah model 2^2 faktor penuh jenis reka bentuk komposit tengah yang mengandungi 2 pemboleh ubah tak bersandar dan 3 pemboleh ubah bersandar. Pemboleh ubah tak bersandar yang digunakan ialah kepekatan larutan suapan dan suhu masukan manakala pemboleh ubah bersandar ialah peratus penghasilan, kandungan lembapan dan kekuatan gel serbuk

gelatin. Julat dan aras untuk pemboleh ubah-pemboleh ubah yang dipilih ditunjukkan dalam Jadual 2. Terdapat 5 titik tengah, 4 titik paksi dan 4 titik reka bentuk faktor pecahan yang menyebabkan sejumlah 13 uji kaji perlu dijalankan untuk menganalisis data daripada larian percubaan. Proses ini dilakukan dengan pengering sembur skala pandu menggunakan pengabus muncung udara dengan aliran udara searah.

Perisian statistik jenis Design Expert (Version 6.0.10, Stat-Ease Inc., Minneapolis, USA) digunakan dalam uji kaji reka bentuk, analisis data dan pembinaan model kuadratik. Melalui penggunaan perisian statistik yang sama, keadaan optimum untuk kedua-dua pemboleh ubah dapat diperoleh dengan menyelesaikan persamaan regresi serta menganalisiskan plot kontur dan plot sambutan permukaan.

Keadaan optimum yang ditentukan melalui penggunaan perisian statistik perlu disahkan kebenarannya dengan menjalankan uji kaji pada keadaan berkenaan dan membandingkannya dengan nilai ramalan sambutan iaitu penghasilan serbuk gelatin, kandungan lembapan dan kekuatan gel yang diperoleh daripada model analisis tersebut.

KEPUTUSAN DAN PERBINCANGAN

PENGOPTIMUMAN PENGHASILAN SERBUK GELATIN MENGGUNAKAN KAEDAH SAMBUTAN PERMUKAAN (RSM)

Pengoptimuman proses penghasilan serbuk gelatin menggunakan pengeringan sembur dilakukan dengan menggunakan kaedah sambutan permukaan atau RSM. RSM dapat digunakan untuk menilai keertian relatif untuk beberapa faktor dan mendedahkan kemungkinan saling tindak di antara pemboleh ubah-pemboleh ubah berbanding dengan strategi satu faktor pada suatu masa yang biasanya memakan masa kerana jumlah uji kaji yang perlu dijalankan adalah banyak. Reka bentuk uji

JADUAL 2. Julat dan aras uji kaji untuk pemboleh ubah tak bersandar

Pembolehubah	Simbol	Paras berkod				
		-1.414	-1	0	1	1.414
Kepekatan larutan suapan % (w/w)	A	4.14	6	10.5	15	16.86
Suhu masukan °C	B	146	150	160	170	174

JADUAL 3. Reka bentuk uji kaji serta nilai-nilai cerapan uji kaji bagi penghasilan serbuk gelatin

Tertib uji kaji	A	B	Sambutan		
			Peratus penghasilan (%)	Kandungan lembapan (%)	Kekuatan gel
1	1	1	12.83	5.05	171.5
2	0	0	19.37	5.1	167.5
3	-1	-1	22.49	5.96	149.83
4	0	0	24.42	4.8	155.5
5	1	-1	14.02	6.4	155
6	0	-1.4*	19.54	6.34	160.5
7	1.414	0	12.79	5.68	169.67
8	0	0	21.25	4.4	171
9	0	1.4*	22.22	3.56	173
10	-1.414	0	23.53	5.5	155.33
11	-1	1	22.09	4.5	160.5
12	0	0	20.08	3.93	161.5
13	0	0	23.41	4.96	166.33

*nilai berkod ± 1.4 adalah nilai yang telah dibundarkan daripada ± 1.414 kerana suhu masukan bagi proses pengeringan sembur tidak boleh berada dalam julat perpuluhan

kaji berstatistik yang menggunakan RSM digunakan untuk mengoptimumkan proses pengeringan sembur ini.

Kesan faktor kepekatan larutan suapan dan suhu masukan yang digunakan dikaji kesannya ke atas peratus penghasilan serbuk gelatin, ciri-ciri fizikal serbuk gelatin yang dihasilkan iaitu dari segi kekuatan gel dan kandungan lembapannya. Reka bentuk uji kaji serta keputusan-keputusan yang dicerap ditunjukkan dalam Jadual 3. Pembolehubah-pembolehubah ditunjukkan dalam bentuk berkod.

KESAN PARAMETER PROSES KE ATAS PENGHASILAN SERBUK GELATIN

Peratus penghasilan serbuk gelatin yang diperolehi adalah daripada 12.83% hingga 24.42%. Data uji kaji menunjukkan pada kepekatan larutan suapan, 4.14% (w/w), 6% (w/w) dan 10.5% (w/w), peratus penghasilan serbuk gelatin yang dihasilkan adalah tinggi iaitu di antara 19.37% hingga 24.42%. Walau bagaimanapun, peratus penghasilan serbuk gelatin yang rendah dicatatkan bagi kepekatan larutan suapan 15% (w/w) dan 16.86% (w/w) iaitu antara 12.83% hingga 14.02%. Keputusan

ini menunjukkan apabila kepekatan larutan suapan ditingkatkan, peratus penghasilan serbuk gelatin yang dihasilkan akan berkurangan. Penghasilan serbuk gelatin yang rendah ini disebabkan kemungkinan lebih banyak serbuk gelatin diendapkan di dinding kebuk pengeringan dan hasilnya telah menyebabkan serbuk ini tidak dapat ditanggalkan di dinding tersebut. Lazimnya, kepekatan larutan gelatin yang tinggi menyebabkan larutan tersebut pekat dan likat. Oleh itu, untuk mengeringkannya dengan pengeringan sembur, suhu yang lebih tinggi diperlukan. Tetapi suhu yang terlalu tinggi boleh menyebabkan berlakunya degradasi gelatin (Hinterwaldner 1977). Oleh itu, untuk uji kaji ini, suhu masukkan hanya dihadkan sehingga 170°C sahaja. Kajian yang dilakukan oleh Bruschi et al. (2003) menggunakan suhu tertinggi bagi pengeringan sembur gelatin ialah 160°C dan peratus penghasilan serbuk gelatin setinggi 51.48% telah diperolehi. Tetapi, beliau menambahkan sedikit bahan tambahan di dalam larutan gelatin untuk mengurangkan gumpalan di antara serbuk gelatin. Tetapi, penambahan bahan tambahan boleh menyebabkan kualiti gelatin yang dihasilkan sedikit terjejas dan berubah. Oleh itu, bagi kajian ini, penggunaan bahan tambahan tidak dipertimbangkan.

KESAN PARAMETER PROSES KE ATAS
KANDUNGAN LEMBAPAN

Kandungan lembapan serbuk gelatin yang dihasilkan adalah di antara 3.56% hingga 6.34%. Bagi suhu masukan 150°C pada kepekatan 6% (w/w) dan 15% (w/w), kandungan lembapan yang diperoleh ialah 5.96% dan 6.4%. Daripada keputusan tersebut, kandungan lembapan bagi serbuk gelatin meningkat jika kepekatan larutan suapan meningkat. Tetapi apabila suhu masukan ditingkatkan sehingga 170°C, kandungan lembapan serbuk gelatin berkurangan. Pada suhu masukan yang lebih tinggi, terdapat satu kecerunan suhu lebih besar antara suapan pengabusan dan udara kering yang mengakibatkan satu daya penggerak yang lebih besar untuk penyejatan air yang akan menghasilkan serbuk dengan kandungan lembapan yang lebih rendah (Tonon et al. 2008). Kandungan lembapan serbuk gelatin yang dihasilkan daripada pengeringan sembur jauh lebih rendah iaitu sebanyak 5.51% - 8.29% daripada kandungan lembapan gelatin komersial (Halagel) yang digunakan. Kandungan lembapan bagi gelatin komersial (Halagel) sebelum proses pengeringan sembur ialah $11.85 \pm 1.63\%$. Had bagi kandungan lembapan gelatin berdasarkan piawaian GME (*Gelatine Manufacturers of Europe*) ialah 15%. Perbezaan kandungan lembapan yang dihasilkan adalah disebabkan suhu masukan yang tinggi bagi proses pengeringan sembur dan proses ini menghasilkan kandungan lembapan serbuk gelatin yang lebih rendah daripada proses pengeringan tradisional yang biasa digunakan dalam industri gelatin.

KESAN PARAMETER PROSES KE ATAS KEKUATAN GEL

Kekuatan gel adalah salah satu ciri yang penting bagi gelatin. Nilai Bloom bagi jenis-jenis gelatin komersial adalah dalam lingkungan julat 50 – 300 (Schrieber & Gareis 2007). Julat 200 – 300 dikategorikan sebagai nilai Bloom yang tinggi, 100 – 200 sebagai nilai Bloom yang sederhana dan 50 – 100 sebagai nilai Bloom yang rendah (Schrieber & Gareis 2007). Nilai kekuatan gel serbuk gelatin yang dihasilkan selepas pengeringan sembur daripada kajian ini adalah daripada 149.83 hingga 173. Nilai kekuatan gel yang dihasilkan ini dibandingkan dengan nilai kekuatan gel gelatin komersial yang digunakan iaitu 160. Daripada keputusan uji kaji yang

dijalankan, nilai kekuatan serbuk gelatin yang diperoleh tidak jauh berbeza dengan nilai kekuatan gel gelatin komersial yang digunakan. Nilai kekuatan gel serbuk gelatin yang tertinggi dicatatkan ialah 173 pada keadaan kepekatan larutan suapan 10.5% (w/w) dan suhu masukan 174°C. Manakala nilai kekuatan gel terendah dicatatkan iaitu 149.83 pada kepekatan larutan suapan 6% (w/w) dan suhu masukan 150°C. Jika diperhatikan, nilai kekuatan gel meningkat jika kepekatan larutan suapan yang digunakan adalah tinggi dan suhu masukan tinggi. Ini kerana pada keadaan proses ini, degradasi gelatin yang minimum terjadi. Seperti yang diketahui, gelatin yang dididihkan pada suhu yang tinggi atau melebihi 60°C pada jangka masa yang panjang, akan menyebabkan degradasi gelatin berlaku. Degradasi gelatin akan menyebabkan perubahan pada ikatan molekul gelatin seterusnya akan menyebabkan nilai kekuatan gel semakin berkurang. Tetapi jika dilihat pada suhu proses yang tinggi dan kepekatan yang tinggi, degradasi paling minimum terjadi kerana kekuatan gel pada keadaan proses ini lebih tinggi daripada keadaan proses pada kepekatan yang rendah (6%).

ANALISIS REGRESI DAN ANOVA

Analisis regresi dilakukan untuk memadamkan model polinomial tertib kedua terhadap data uji kaji. Jadual 4, 5 dan 6 menunjukkan analisis pekali regresi dan ANOVA untuk model akhir bagi sambutan peratus penghasilan, kandungan lembapan dan kekuatan gel serbuk gelatin.

Dalam uji kaji hipotesis, nilai- p ialah kebarangkalian yang menunjukkan kemungkinan suatu sampel akan diambil daripada populasi yang sedang diuji dengan membuat anggapan hipotesis nol adalah benar. Sebagai contoh, nilai- p sebanyak 0.05 menunjukkan terdapat kemungkinan setinggi 5% daripada sampel yang diambil adalah berasal daripada populasi yang sedang diuji sekiranya hipotesis nol adalah benar. Jadi, nilai- p boleh digunakan untuk menentukan keertian bagi setiap pekali dan seterusnya menunjukkan corak saling tindak antara pekali-pekali. Pekali adalah lebih bererti sekiranya nilai- p adalah lebih kecil daripada 0.05. Menurut Wejse et al. (2003), untuk menentukan paras optimum dengan lebih berkesan, regresi ke belakang perlu digunakan terhadap model polinomial penuh. Ini dilakukan dengan

JADUAL 4. Analisis pekali regresi dan ANOVA untuk model akhir bagi sambutan peratus penghasilan serbuk gelatin

Sumber	Hasil tambah kuasa dua	Darjah kebebasan	Kuasa dua min	Nilai-F	Nilai-P
Model	166.09	2	83.04	24.38	0.0001
A	135.45	1	135.45	39.76	<0.0001
A ²	30.63	1	30.63	8.99	0.0134
Kurang padanan	15.49	6	2.58	0.56	0.7522
Ralat tulen	18.58	4	4.64		
Jumlah	200.16	12			

$R^2 = 0.8298$; R^2 terlaras = 0.7957; R^2 ramalan = 0.6847; kepersisan tercukup = 13.550; pekali perubahan = 9.30%

JADUAL 5. Analisis pekali regresi dan ANOVA untuk model akhir bagi sambutan kandungan lembapan serbuk gelatin

Sumber	Hasil tambah kuasa dua	Darjah kebebasan	Kuasa dua min	Nilai-F	Nilai-P
Model	7.64	3	2.55	15.02	0.0008
A	0.19	1	0.19	1.14	0.3130
B	5.67	1	5.67	33.46	0.0003
A ²	1.77	1	1.77	10.47	0.0102
Kurang padanan	0.62	5	0.12	0.55	0.7347
Ralat tulen	0.90	4	0.23		
Jumlah	9.17	12			

$R^2 = 0.8335$; R^2 terlaras = 0.7781; R^2 ramalan = 0.6721; kepersisan tercukup = 11.767; pekali perubahan = 8.09%

JADUAL 6. Analisis pekali regresi dan ANOVA untuk model akhir bagi sambutan kekuatan gel serbuk gelatin

Sumber	Hasil tambah kuasa dua	Darjah kebebasan	Kuasa dua min	Nilai-F	Nilai-P
Model	418.02	2	209.01	8.01	0.0084
A	166.07	1	166.07	6.36	0.0303
B	251.95	1	251.95	9.65	0.0111
Kurang padanan	116.57	6	19.43	0.54	0.7632
Ralat tulen	144.51	4	36.13		
Jumlah	679.10	12			

$R^2 = 0.6156$; R^2 terlaras = 0.5387; R^2 ramalan = 0.3887; kepersisan tercukup = 8.308; pekali perubahan = 3.14%

menyingkirkan sebarang sebutan yang mempunyai nilai kebarangkalian separa yang tertinggi (nilai- $p > 0.05$) sehingga model yang lebih ringkas diperoleh. Kesemua model bagi sambutan yang ditunjukkan dalam Jadual 4, 5 dan 6 menunjukkan nilai yang bererti dengan nilai- p adalah kurang daripada 0.05 kecuali sebutan A bagi sambutan kandungan lembapan serbuk gelatin. Sambutan A perlu diambil kira walaupun sebutan tersebut tidak bererti (nilai- $p > 0.05$) kerana sebutan bagi A² adalah bererti. Peratus penghasilan, kandungan lembapan dan kekuatan gel serbuk gelatin yang dihasilkan dapat diwakili oleh model akhir dalam sebutan faktor berkod seperti:

Model kuadratik bagi sambutan peratus penghasilan serbuk gelatin:

$$Y_1 = 21.13 - 4.11A - 2.08A^2 \quad (1)$$

Model kuadratik bagi sambutan kandungan lembapan serbuk gelatin:

$$Y_2 = 4.78 + 0.16A - 0.85B + 0.5A^2 \quad (2)$$

Model linear bagi sambutan kekuatan gel serbuk gelatin:

$$Y_3 = 162.86 + 4.56A + 5.64B \quad (3)$$

Nilai R^2 menunjukkan bahawa model yang terhasil boleh menerangkan kebolehubahan pemboleh

dalam data yang diperhatikan (Wangtueai & Noomhorn 2009). Ketepatan model ini dapat disemak melalui pekali penentuan atau R^2 (Wang & Lu 2004; 2005). R^2 terlaras yang lebih sesuai untuk membandingkan model dengan beberapa pembolehubah yang berbeza. Sebagai contoh, nilai R^2 terlaras bagi model sambutan peratus penghasilan serbuk gelatin ialah 0.7957. Ini menunjukkan bahawa 79.57% daripada jumlah set ujikaji berbeza yang dijalankan dapat dihubungkan oleh model. Tambahan pula, R^2 ramalan yang bernilai 0.6847 adalah hampir setara dengan R^2 terlaras yang bernilai 0.7957. Nilai R^2 (0.8298) adalah nilai yang boleh diterima bagi model regresi untuk peratus penghasilan serbuk gelatin. Nilai regresi model menunjukkan bahawa data yang diwakili boleh dimuatkan ke dalam model dengan ketetapan yang sederhana.

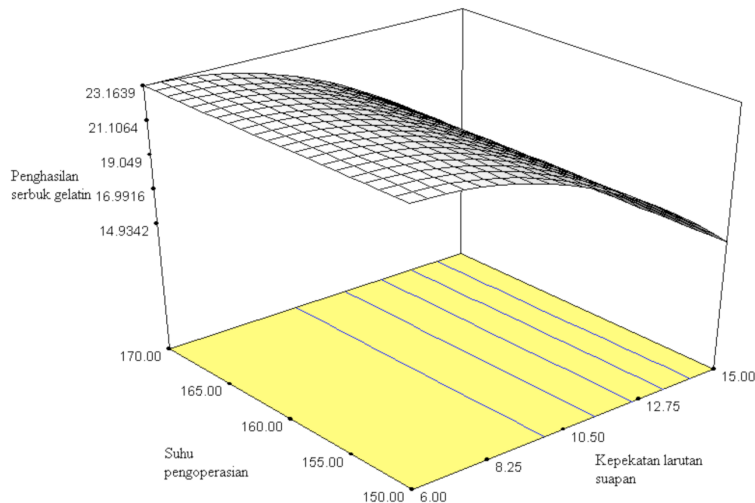
Kepersisan tercukup digunakan untuk mengukur nisbah isyarat kepada hingar dan nilai itu sewajarnya lebih besar daripada empat. Nilai kepersisan tercukup bagi model peratus penghasilan serbuk gelatin, kandungan lembapan dan kekuatan gel ialah 13.550, 11.767 dan 8.308. Nisbah ini menunjukkan bahawa isyarat yang cukup, jadi model ini boleh digunakan dalam pemanduan arah untuk ruang reka bentuk yang terlibat. Pekali perubahan menunjukkan darjah kepersisan untuk perbandingan antara kesemua set uji kaji yang dijalankan. Pekali perubahan yang tinggi menunjukkan kebolehharian yang rendah bagi uji kaji yang dijalankan. Dalam kajian ini, nilai yang rendah untuk pekali perubahan iaitu 9.30% bagi peratus penghasilan serbuk gelatin, 8.09%

bagi kandungan lembapan dan 3.14 bagi kekuatan gel mencadangkan keboleharapan yang tinggi untuk uji kaji yang dijalankan.

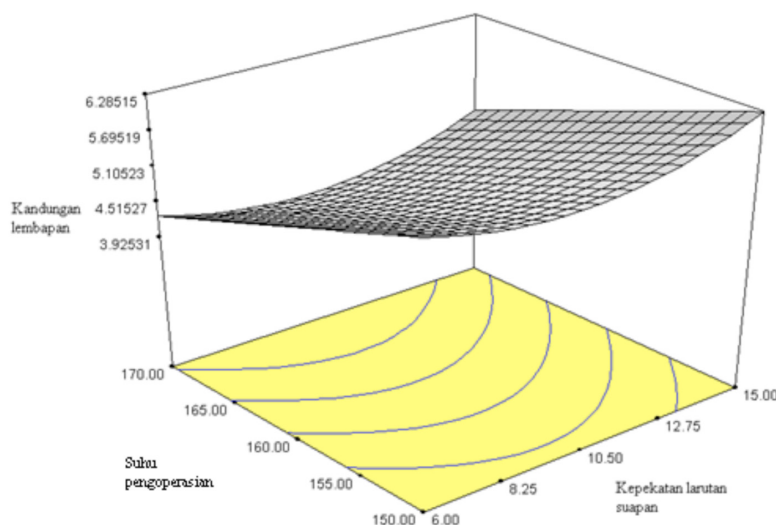
Kurang padanan mengukur kegagalan model untuk mewakili data dalam domain uji kaji pada titik-titik yang tidak termasuk dalam regresi. Dalam kajian ini, nilai- F untuk kurang padanan ialah 0.56 bagi model peratus penghasilan, 0.55 bagi model kandungan lembapan dan 0.54 bagi model kekuatan gel. Ini menunjukkan kurang padanan untuk model ini adalah tidak bererti relatif dengan ralat tulen. Nilai- p sebanyak 75.22% bagi model peratus penghasilan, 73.47% bagi model kandungan lembapan dan 76.32% bagi model kekuatan gel untuk kurang padanan mencadangkan nilai sebesar ini hanya boleh berlaku disebabkan oleh hingar, menunjukkan model yang dibina adalah memadai untuk meramalkan peratus penghasilan, kandungan lembapan dan kekuatan gel serbuk gelatin di bawah sebarang kombinasi pemboleh ubah-pemboleh ubah.

Seterusnya, kesesuaian padanan model kudratik akhir diperiksa dengan menggunakan plot kebarangkalian normal, plot reja melawan nilai sambutan tersesuai dan plot data terpencil mengikut larian uji kaji. Secara keseluruhannya, ketiga-tiga plot tersebut bagi ketiga-tiga model tidak menunjukkan sebarang sifat ketaknormalan yang ketara. Ini bererti model kudratik dan linear dalam kajian ini dapat disesuaikan untuk setiap cerapan yang diambil dan ia adalah model terbaik untuk mewakili sambutan permukaan peratus penghasilan, kandungan lembapan dan kekuatan gel serbuk gelatin dalam rantau uji kaji.

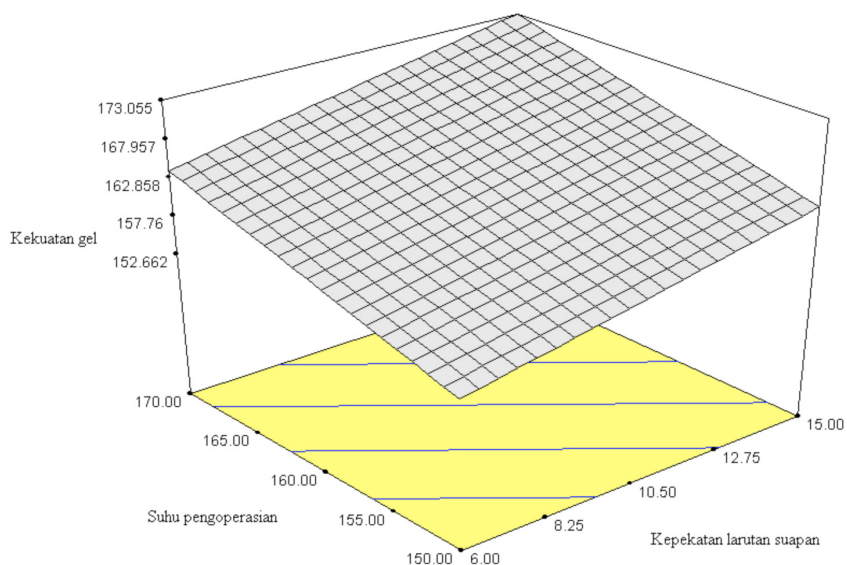
Plot kontur dan sambutan permukaan ialah perwakilan grafik untuk persamaan regresi. Kedua-dua jenis plot ini dilukis untuk memahami saling tindak antara pemboleh ubah-pemboleh ubah tak bersandar iaitu kepekatan larutan suapan dan suhu masukan. Graf sambutan permukaan bagi ketiga-tiga sambutan ditunjukkan dalam Rajah 2, 3 dan 4.



RAJAH 2. Graf sambutan permukaan untuk peratus penghasilan serbuk gelatin



RAJAH 3. Graf sambutan permukaan untuk kandungan lembapan serbuk gelatin



RAJAH 4. Graf sambutan permukaan untuk kekuatan gel serbuk gelatin

JADUAL 7. Keputusan uji kaji pengesahan untuk keadaan optimum

	Peratus penghasilan (%)	Kandungan lembapan (%)	Kekuatan gel
Nilai ramalan (model)	22.13	3.93	167.2
Nilai sebenar (ujikaji)	22.15	3.81	168.5
Ralat data (%)	0.09	3.05	0.78

Analisis daripada RSM menunjukkan hanya terdapat satu set tunggal optimum bagi penghasilan serbuk gelatin yang maksimum dengan kekangan yang dikenakan adalah berdasarkan kepada julat uji kaji yang ditetapkan untuk pembolehubah tak bersandar (Jadual 2). Matlamat akhir untuk keadaan optimum adalah untuk menghasilkan serbuk gelatin yang mempunyai peratus penghasilan yang tinggi, kandungan lembapan yang rendah dan kekuatan gel yang tinggi. Model akhir meramalkan bahawa keadaan optimum dapat dijalankan pada kepekatan larutan suapan 9.23% (w/w) dan suhu masukan 170°C.

PENGESAHAN UJI KAJI UNTUK KEADAAN OPTIMUM

Proses pengeringan gelatin dengan pengering sembur dijalankan pada keadaan optimum yang diperoleh daripada analisis regresi. Nilai yang diramalkan dibandingkan dengan nilai sebenar yang diperoleh selepas uji kaji pengesahan dijalankan.

Uji kaji pengesahan ini dijalankan pada keadaan kepekatan larutan suapan 9.23% (w/w) dan suhu masukan 170°C. Jadual 7 menunjukkan keputusan nilai ramalan dan nilai sebenar serta ralat data bagi pemboleh ubah bersandar. Peratus penghasilan serbuk gelatin yang dihasilkan daripada uji kaji pengesahan adalah 22.15%, kandungan lembapan serbuk gelatin adalah 3.81 dan kekuatan gel adalah 168.5. Peratus ralat antara nilai sebenar (uji kaji) dan nilai ramalan (model)

selepas pengoptimuman adalah sedikit dan tidak jauh berbeza iaitu 0.09% bagi peratus penghasilan serbuk gelatin, 3.05% bagi kandungan lembapan dan 0.78% bagi kekuatan gel. Ralat di antara nilai ramalan dan sebenar berlaku berkemungkinan disebabkan berlakunya ralat ketika mengumpul serbuk gelatin yang dihasilkan selepas proses pengeringan sembur, serbuk gelatin yang akan diuji untuk kandungan lembapan berkemungkinan terdedah kepada udara terlalu lama dan berkemungkinan serbuk gelatin yang dilarutkan untuk ujian kekuatan gel dipanaskan terlalu lama menyebabkan kekuatan gel menjadi lebih tinggi.

KESIMPULAN

Berdasarkan plot sambutan permukaan, perbezaan kepekatan larutan suapan dan suhu masukan memberi kesan kepada peratus penghasilan, kandungan lembapan dan kekuatan gel serbuk gelatin yang dihasilkan daripada proses pengeringan sembur. Kepekatan larutan suapan didapati adalah faktor utama yang memberi kesan kepada peratus penghasilan serbuk gelatin yang dihasilkan. Sehubungan itu, kedua-dua faktor iaitu kepekatan larutan suapan dan suhu masukan didapati memberi kesan yang beerti kepada kandungan lembapan dan kekuatan gel serbuk gelatin. Model empirik yang diperoleh daripada analisis statistik digunakan sebagai ramalan untuk proses

pengoptimuman. Keadaan optimum yang diperoleh daripada model reka bentuk komposit tengah ialah 9.23% (w/w) kepekatan larutan suapan yang digunakan dengan suhu masukan pada 170°C. Peratusan penghasilan gelatin yang dihasilkan daripada uji kaji pada keadaan proses optimum ialah 22.15% dengan kandungan lembapan serbuk gelatin 3.81% dan kekuatan gel 168.5 di mana sisihan nilai daripada nilai ramalan ialah 0.09% bagi peratus penghasilan serbuk gelatin, 3.05% bagi kandungan lembapan dan 0.78 bagi kekuatan gel.

PENGHARGAAN

Penulis berterima kasih di atas bantuan kewangan yang diberikan dalam membiayai kerja penyelidikan ini oleh Kementerian Sains, Teknologi dan Inovasi (MOSTI) di bawah Dana Penyelidikan TF0206A084.

RUJUKAN

- Bhandari, B.R., Patel, K.C. & Chen, X.D. 2008. Spray drying of food materials- process and product characteristics. Chen, X.D. & Mujumdar, A.S. (ed.). *Drying Technologies in Food Processing*, hlm 113-159. United Kingdom: John Wiley & Sons.
- British Standard Institution. 1975. *Methods for sampling and testing gelatin (Physical and Chemical Method)*. London: BSI.
- Bruschi, M.L., Cardoso, M.L.C., Lucchesi, M.B. & Gremiao, M.P.D. 2003. Gelatin microparticles containing propolis obtained by spray drying technique: preparation and characterization. *International Journal of Pharmaceutics* 264: 45-55.
- Chegini, G.R. & Ghobadian, B. 2005. Effect of spray drying conditions on physical properties of orange juice powder. *Drying Technology* 23: 657-668.
- Filkova, I., Huang, L.X. & Mujumdar, A.S. 2007. Industrial spray drying system. Dlm. *Handbook of Industrial Drying*, Mujumdar, A.S. (ed.) Florida: CRC Press.
- Gelatine Manufacturers of Europe Monograph (GME). 2000. Standardised Methods for the Testing of Edible Gelatine. version 1, July.
- Hinterwaldner, R. 1977. Technology of gelatin manufacture. doWard, A.G. & Courts, A. (ed.) *The Science and Technology of Gelatin*, London: Academic Press Inc.
- Mark, H.F. 2003. *Encyclopedia of Polymer Science and Technology*. 3rd ed. vol.6. New York: John Wiley Interscience.
- Othmer, K. 1979. *Encyclopedia of Chemical Technology*. 3rd ed. vol.10. hlm 499-508. New York: John Wiley & Sons.
- Razali, N., Mootabadi, H., Salamatinia, B., Lee, K.T. & Abdullah, A.Z. 2010. Optimization of process parameters for alkaline-catalysed transesterification of palm oil using response surface methodology, *Sains Malaysiana* 39(5): 805-809
- Schrieber, R. & Gareis, H. 2007. *Gelatine Handbook: Theory and Industrial Practice*. Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KgaA.
- Tonon, R.V., Barbet, C. & Hubingr, N.D. 2008. Influence of process conditions on the physicochemical properties of acai (*Euterpe oleraceae* Mert.) powder produced by spray drying. *Journal of Food Engineering* 88: 411-418.
- Walton, D.E. 2000. The morphology of spray-dried particles a qualitative view. *Drying Technology* 18(9): 1943-1986.
- Wang, Y.X. & Lu, Z.X. 2004. Statistical optimization of media for extracellular polysaccharide by *Pholiota squarrosa* (Pers. Ex Fr.) Quel. AS 5.245 under submerged cultivation. *Biochem Eng. J.* 20: 39-47.
- Wang, Y.X. & Lu, Z.X. 2005. Optimization of processing parameters for the mycelial growth and extracellular polysaccharide production by *Boletus* spp. ACCC 50328. *Process Biochem.* 40: 1043-1051.
- Wangtueai, S. & Noomhorm, A. 2009. Processing optimization and characterization of gelatin from lizardfish (*Saurida* spp.) scales. *LWT-Food Science and Technology* 42: 825-834.
- Wejse, P.L., Ingvorsen, K. & Mortensen, K.K. 2003. Xylanase production by a novel halophilic bacterium increased 20-fold by response surface methodology. *Enzyme Microb. Technol.* 32: 721-727.
- Jabatan Kejuruteraan Kimia dan Proses
Fakulti Kejuruteraan dan Alam Bina
Universiti Kebangsaan Malaysia
43600 UKM Bangi, Selangor
Malaysia
- *Pengarang untuk surat-menyurat; email: wahabm@vlsi.eng.ukm.my
- Diserahkan: 8 September 2011
Diterima: 30 Mac 2012