KONVERSI
Homepage:
https://ppjp.ulm.ac.id/journal/index.php/konversi

Parameter evaluation of extraction using microwave hydrodistillation ultrasonic-pretreatment on yield of black pepper oil

Renova Panjaitan*, Nove Kartika Erliyanti, Sandy Buana Putra, Achmad Pemadi Wicaksono, Alza Nadilla Syahrani, Nabila Ayu Amanda

Jurusan Teknik Kimia, Universitas Pembangunan Nasional Veteran Jawa Timur, Surabaya 60294, Indonesia

ARTICLE INFO

Article history:
Received: 16 December 2022
Received in revised form: 1 February 2023
Accepted: 1 March 2023

Keywords:
Essential oil, black pepper, microwave, ultrasonic

ABSTRACT

Black pepper is one of Indonesia's agricultural commodities, contributing foreign exchange to the country. However, the economic value of this commodity has decreased. It is influenced by the lack of diversified black pepper products, which of course, have a higher value than raw material marketing. One product diversification that can be developed is black pepper oil. In obtaining essential oils, appropriate methods and technology are needed so that the resulting product is of high quality and the process is carried out efficiently. The latest methods in extraction that are being developed are microwave and ultrasonic technology. Therefore, in this study, black pepper oil extraction was carried out using the microwave hydrodistillation method, whereas previously, ultrasonic pretreatment was given for the material. In this case, observations were made on the influence of extraction parameters. Based on the research, it was found that increasing the distiller size flask and ambient temperature could increase the percentage of essential oils yield. At the same time, the longer extraction time caused a decrease in yield. Decreasing the material particle size and increasing microwave power could cause an increase in yield up to a certain point. The best results in black pepper oil extraction were obtained under extraction conditions using a distiller size of 1000mL, extraction time of 60 minutes, at an ambient temperature of 30°C, the particle size of 60 mesh, at a power of 450 W with a yield of 1.056%, with the characteristics of having a clear greenish colour and an RI of 1.480. These specifications comply with ISO 3061:2008 for essential oil from black pepper. Thus, these parameters can be considered in the black pepper oil extraction process to produce marketable products. As a suggestion for further research, modeling, and process scale-up can be developed.

1. Pendahuluan

Indonesia merupakan negara penghasil lada hitam urutan kedua di dunia setelah Vietnam [1]. Komoditas ini menjadi salah satu penyumbang devisa terbesar pada ekspor hasil pertanian Nusantara. Nilai devisa yang dihasilkan dari ekspor lada hitam bisa mencapai 431,14 juta dolar [2]. Namun demikian, Indonesia perlu berbenah diri dalam peningkatan nilai ekonomi komoditas lada karena sesungguhnya ekspor lada butir mengalami perlambatan sebesar 0,18% setiap tahunnya. Apabila dibiarkan secara berkelanjutan, hal tersebut tentu akan mengurangi pendapatan ekonomi negara dari yang seharusnya dapat diperoleh [1].

Diversifikasi biji lada hitam dapat menjadi salah satu strategi potensial dalam menghadapi perlambatan pasar ekspor tersebut. Hal ini dibuktikan dari data yang menunjukkan bahwa ekspor produk lada bubuk memiliki tren yang meningkat yaitu 5,66% setiap tahunnya [1]. Salah satu diversifikasi lain dari biji lada hitam yang cukup menjanjikan adalah minyak atsiri. Perkembangan ekspor dan impor produk minyak atsiri mengalami peningkatan setiap tahunnya [3]. Hal ini didasari karena pemanfaatan minyak atsiri yang cukup luas yaitu pada berbagai industri yang mencakup industri kosmetik, farmasi, makanan dan minuman, produk kebersihan badan maupun rumah tangga, serta industri parfum. Pemanfaatan minyak atsiri tersebut tidak terlepas dari manfaatnya yang dapat berperan sebagai antioksidan, antibakteri dan antiviral.

Minyak atsiri dapat diperoleh melalui proses ekstraksi biomassa. Metode ekstraksi yang umum dilakukan oleh masyarakat adalah dengan cara hidro-distilasi yaitu penyulingan dengan cara perendaman bahan dalam pelarut air [4]. Namun metode ini kurang efisien baik dari segi waktu maupun dari kebutuhan energi yang diperlukan. Disamping itu, kualitas produk yang dihasilkan juga rendah. Saat ini telah banyak dikembangkan metode ekstraksi yang lebih mutakhir salah satunya yaitu dengan bantuan *microwave*. Penelitian terdahulu menunjukkan bahwa ekstraksi dengan bantuan *microwave* dapat menghasilkan *yield* yang lebih banyak dengan waktu yang lebih singkat [5] dan produk yang lebih berkualitas dibandingkan metode konvensional [6,7]. Selain itu, metode ekstraksi terkini yang juga dianggap dapat meningkatkan proses ekstraksi adalah dengan penggunaan ultrasonik. Teknologi ini disebut juga sebagai salah satu *green technology* dalam proses ekstraksi [8].

Ekstraksi minyak lada hitam sebelumnya telah dilakukan dengan metode distilasi uap selama ±6 jam [9]. Penelitian lain melakukan ekstraksi minyak lada hitam dengan menggunakan metode *microwpanjaitanpaave hydrodistillation* dari biji lada hitam utuh yang menghasilkan *yield* sebesar 0,2823% (g/g) selama 3 jam [10]. Akan tetapi penelitian ekstraksi lada hitam dengan metode menggunakan teknologi *microwave* dan ultrasonik masih sangat terbatas. Oleh karena itu, dalam penelitian ini dilakukan ekstraksi minyak lada hitam dengan

* Corresponding author.
Email: renova.p.tk@upnjatim.ac.id
https://doi.org/10.20527/k.v12i1.14984

This open access article is distributed under a Creative Commons Attribution (CC-BY-SA) 4.0 license

menggunakan metode *microwave hydrodistillation* dengan terlebih dahulu memberikan *ultrasonik-pretreatment* pada bahan yang digunakan. Pada penelitian ini akan dipelajari bagaimana pengaruh parameter ekstraksi terhadap *yield* minyak yang dihasilkan.

2. Metode Penelitian

2.1. Bahan

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah biji lada hitam yang berasal dari Lampung. Biji tersebut dijadikan bubuk menggunakan mesin penghancur dan diayak menggunakan ayakan dengan ukuran mesh yang ditentukan. Bahan lainnya adalah *distilled water*.

2.2. Ekstraksi microwave hydrodistillation dengan pretreatment-ultrasonic

Proses ekstraksi diawali dengan melakukan *pretreatment* menggunakan ultrasonik yaitu bubuk lada hitam ditimbang sebanyak 72gr dicampur dengan 20ml *distilled water*, dan dipaparkan pada gelombang ultrasonik, dengan tipe alat *Ultrasonic bath BK-1200 40KHz*, 60W, kapasitas 1,6L. Proses ultrasonik dilakukan selama 5 menit. Setelah tahap ultrasonik selesai, campuran dipindah ke dalam labu ekstraksi dan ditambah *distilled water* sebanyak 180ml. Selanjutnya, dilakukan proses ekstraksi *microwave hydrodistillation* (MHD) yang mengacu pada teknik yang dilakukan oleh [11](Panjaitan and Mahfud, 2021), labu berisi campuran tersebut dimasukkan ke dalam *microwave* (ELEKTROLUX EMM2308X, magnetron 2450MHz) dan dipanaskan sesuai dengan variabel waktu dan daya yang digunakan. Setelah proses selesai, minyak lada hitam yang diperoleh dipisahkan dan ditimbang kemudian dihitung *yield*-nya dengan menggunakan persamaan 1. Proses yang sama dilakukan untuk variabel lain yang diamati yaitu ukuran *distiler* (500, 1000 ml), waktu ekstraksi (60, 80 menit), ukuran bahan (40, 60, 80 mesh), daya *microwave* (300, 450, 600 Watt), *ambient temperature* (23^{o}C, 30^{o}C). Pengaturan *ambient temperature* dilakukan dengan mengatur *thermostat* pada *air conditioner*.

$$yield\ minyak\ \left(\%\frac{g}{g}\right) = \frac{massa\ minyak}{massa\ bahan} x100\% \quad (1)$$

2.3. Analisa sampel minyak atsiri

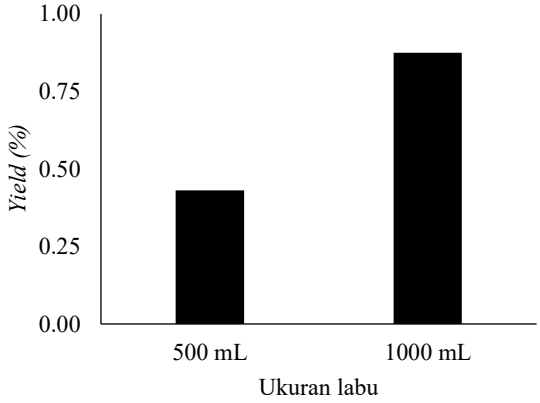
Analisa yang dilakukan adalah analisa warna dan refraktif index [9]. Sementara analisa refraktif index dilakukan dengan menggunakan Refrakto-meter ATC portabel.

3. Hasil dan Pembahasan

Pengamatan dalam penelitian ini dilakukan dengan teknik *one factor at a time* (OFAT) yaitu pendekatan pengaruh satu parameter diamati pada saat semua parameter yang lain konstan [12].

3.1. Pengaruh ukuran labu

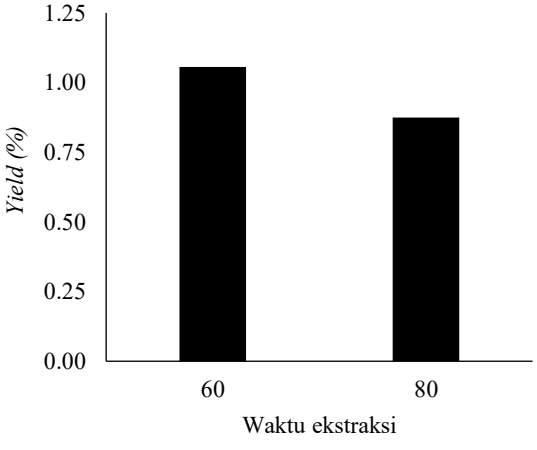
Pada pengamatan pengaruh ukuran labu *distiller* terhadap *yield* diperoleh data seperti pada Gambar 1. Berdasarkan data tersebut, dari dua ukuran *distiller* yang digunakan yaitu 500mL dan 1000mL terlihat bahwa semakin besar ukuran *distiller* yang digunakan dengan jumlah *feed* yang sama, maka *yield* akan semakin meningkat. Fenomena tersebut berkaitan dengan ketersediaan ruang dalam labu *distiller* yang mempengaruhi proses *transport phenomena* yang terjadi. Ketersediaan ruang yang lebih luas memfasilitasi proses penetrasi pelarut serta difusi komponen [13].



Gambar 1. Pengaruh ukuran labu *distiller* terhadap *yield* pada 450W; waktu ekstraksi 80 menit

3.2. Pengaruh waktu ekstraksi

Pengaruh waktu ekstraksi dapat dilihat pada Gambar 2. Berdasarkan grafik dalam gambar tersebut terlihat bahwa *yield* minyak lada menurun dengan pertambahan waktu ekstraksi dari 60 menit menjadi 80 menit. Hal ini terjadi karena pemaparan bahan pada suhu tinggi untuk waktu yang lama dapat merusak komponen di dalamnya [14]. Selain itu, ekstraksi dengan menggunakan *microwave* pada dasarnya memiliki proses yang lebih cepat, sehingga memperpanjang waktu ekstraksi tidak selalu akan meningkatkan *yield*, terlebih apabila proses ekstraksi sudah mencapai fase ekuilibrium.



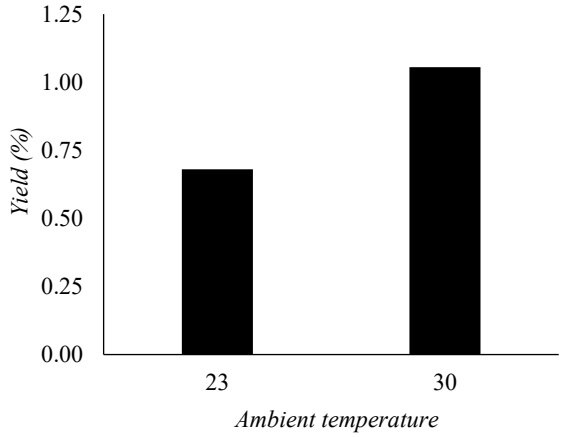
Gambar 2. Pengaruh waktu ekstraksi terhadap *yield* pada 450W; ukuran labu 1000mL

3.3. Pengaruh suhu lingkungan

Pada pengamatan pengaruh suhu lingkungan (Gambar 3) terlihat bahwa proses ekstraksi yang dilakukan pada ruangan dengan suhu 30^{o}C menghasilkan *yield* yang lebih tinggi dibandingkan dengan ruangan dengan suhu yang lebih rendah, 23^{o}C. Fenomena tersebut didukung dengan hasil pengamatan

yang menunjukkan bahwa selama melakukan penelitian, peralatan *microwave* yang digunakan pada suhu ruang yang lebih tinggi memiliki panas yang lebih tinggi dibandingkan dengan peralatan yang digunakan dalam suhu ruang yang lebih rendah. Hal ini dipengaruhi oleh perpindahan panas yang terjadi, dimana pada suhu ruang yang lebih rendah selisih suhu lingkungan dengan suhu sistem peralatan lebih besar, sehingga menyebabkan panas yang hilang ke lingkungan lebih besar juga. Fenomena ini didukung oleh penelitian sebelumnya yang mengkaji terkait pengaruh suhu ruangan terhadap suhu peralatan di dalam laboratorium [15]. Dari pengukuran suhu beberapa peralatan yang dilakukan dalam penelitian tersebut, dilaporkan bahwa seiring dengan peningkatan suhu ruangan maka suhu permukaan peralatan akan lebih hangat yang tentunya berpengaruh pada kinerja alat. Perubahan *ambient temperature* akan mempengaruhi efisiensi pada *heater* sehingga pada penyetelan kondisi tertentu pun, kondisi operasinya akan bervariasi tergantung pada musim yang ada [16].

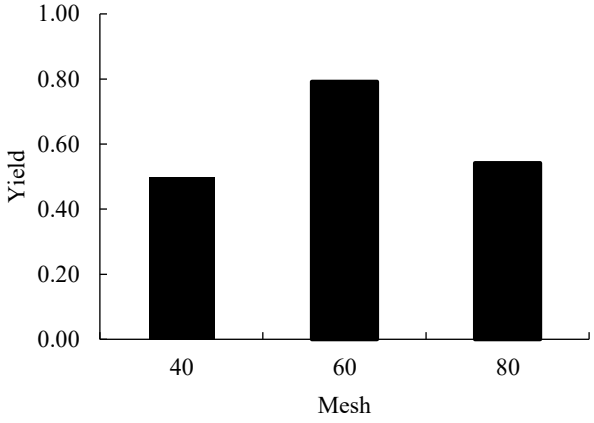
Hasil pengamatan pengaruh suhu lingkungan dalam penelitian ini dapat digunakan sebagai pertimbangan untuk melakukan *adjustment* pada saat adanya perubahan suhu lingkungan akibat adanya perubahan cuaca pada proses ekstraksi menggunakan *microwave*. Namun masih perlu dilakukan kajian lebih lanjut terkait dengan besarnya perubahan suhu pada peralatan tersebut sebagai akibat dari perubahan suhu lingkungan.



Gambar 3. Pengaruh suhu lingkungan terhadap *yield* pada 450W; ukuran labu 1000ml; waktu ekstraksi 60 menit

3.4. Pengaruh ukuran bahan

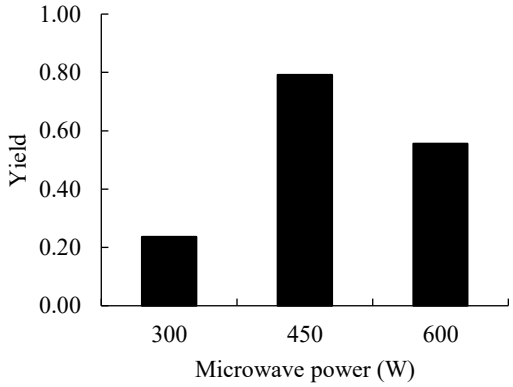
Ukuran bahan serbuk lada hitam yang digunakan juga mempengaruhi perolehan *yield* minyak lada hitam (Gambar 4). Dimana berdasarkan tiga ukuran mesh partikel yang digunakan, kondisi terbaik diperoleh pada ukuran 60 mesh. Pengaruh ukuran partikel berkaitan dengan luas permukaan, dimana semakin kecil ukuran partikel maka luas permukaannya semakin besar sehingga proses transport massa yang terjadi berlangsung lebih mudah. Namun ukuran partikel yang terlalu kecil dapat menimbulkan penggumpalan bahan di dalam labu *distiller*, sehingga menghambat proses difusi komponen. Fenomena yang sama juga disampaikan dalam penelitian yang mempelajari ekstraksi oleoresin dari gaharu yaitu bahwa pengurangan ukuran partikel dapat meningkatkan jalur difusi pelarut dan senyawa aktif, namun ukuran partikel yang terlalu kecil dapat menyebabkan aglutinasi yang menyebabkan permeasi pelarut semakin sulit [17].



Gambar 4. Pengaruh ukuran bahan terhadap *yield* pada 450W; ukuran labu 1000ml; waktu ekstraksi 60 menit

3.5. Pengaruh daya microwave

Parameter pengamatan berikutnya adalah besar daya *microwave*. Sebagaimana ditampilkan pada Gambar 5, terlihat bahwa peningkatan daya *microwave* dapat mengakibatkan peningkatan *yield*, tetapi penggunaan daya yang lebih tinggi lagi menyebabkan adanya penurunan *yield*. Fenomena tersebut terjadi karena pada daya *microwave* yang tinggi menghasilkan panas yang lebih tinggi juga, sehingga dapat menyebabkan komponen mengalami kerusakan akibat pemanasan yang berlebih [10].



Gambar 5. Pengaruh daya *microwave* pada ukuran 60 mesh, rasio 0,4 gr/mL, waktu 60 menit

3.6. Karakteristik minyak lada hitam

Sampel minyak lada hitam yang dianalisa merupakan sampel terbaik yang dilihat berdasarkan pengamatan organoleptik yaitu memiliki aroma yang khas dan warna yang jernih. Dalam hal ini, sampel tersebut adalah sampel yang diperoleh pada ekstraksi menggunakan *distiller* ukuran 1000mL, waktu ekstraksi 60 menit, pada suhu lingkungan 30^{o}C, ukuran partikel 60 mesh, pada daya 450W (Gambar 6). Sampel tersebut juga merupakan sampel terbaik ditinjau dari persentase *yield* yang dihasilkan karena memiliki persentase *yield* yang paling besar dibanding variabel yang lain. Berdasarkan hasil analisa sifat fisik yang dilakukan minyak atsiri lada hitam yang dihasilkan memiliki warna yang jernih kehijauan. Hal ini sesuai dengan sifat minyak lada hitam berdasarkan British Standard (BS) ISO 3061:2008. Adapun nilai refraktif index (RI) sampel tersebut adalah 1,480. Nilai RI tersebut juga sesuai dengan BS ISO 3061:2008 yang

menyebutkan bahwa untuk minyak lada hitam yang berasal dari Indonesia memiliki RI pada rentang 1,480 – 1,493 [18].

Gambar 6. Sampel minyak lada hitam pada kondisi ekstraksi 72 gr bahan, 450 W, 60 *mesh*, 60 menit

4. Kesimpulan

Penelitian ekstraksi minyak lada hitam dengan metode *microwave hydrodistillation pretreatment-ultrasonic* telah berhasil dilakukan. Berdasarkan pengamatan OFAT yang dilakukan pada rentang variabel yang digunakan, diperoleh bahwa parameter ukuran labu *distiller* dan suhu lingkungan memiliki pengaruh yang positif terhadap persentase *yield* minyak atsiri, sementara waktu ekstraksi yang semakin lama menyebabkan adanya penurunan *yield*. Adapun pengurangan ukuran bahan dan peningkatan daya *microwave* dapat menyebabkan peningkatan *yield* sampai mencapai titik tertentu. Hasil terbaik pada ekstraksi minyak lada hitam ini diperoleh pada kondisi ekstraksi menggunakan *distiller* ukuran 1000mL, waktu ekstraksi 60 menit, pada suhu lingkungan 30^{o}C, ukuran partikel 60 mesh, pada daya 450W dengan *yield* 1,056%, dengan karakteristik memiliki warna jernih kehijauan dan RI 1,480. Spesifikasi tersebut telah sesuai dengan ISO 3061:2008 untuk minyak atsiri lada hitam. Dengan demikian, parameter-parameter pada penelitian ini dapat dipertimbangkan dalam proses ekstraksi minyak lada hitam guna menghasilkan produk yang layak dipasarkan. Sebagai saran untuk penelitian selanjutnya, dapat dikembangkan pemodelan dan *scale up* proses.

Ucapan Terima Kasih

Terimakasih kepada Lembaga Penelitian dan Pengabdian Kepada Masyarakat (LPPM) Universitas Pembangunan Nasional “Veteran” Jawa Timur (UPNVJT) yang telah membantu pendanaan dalam penelitian ini melalui skema Riset Dasar (Risda) Tahun 2022.

Referensi

[1] H.J. Purba, Erwidodo, D.H. Azahari, V. Darwis, F.B. Marojahan, J. Hestina, E.S. Yusuf, Strategi dan kebijakan peningkatan ekspor lada Indonesia, Pusat Sosial Ekonomi dan Kebijakan Pertanian, (2020).

[2] K.P.R. Indonesia, Produksi dan ekspor lada meningkat, Kementan Optimis Rempah Kembali Berjaya, (2017).

[3] B.P. Statistik, Perkembangan Ekspor Impor Non Migas Periode 2014-2019, (2019).

[4] S.R. Panjaitan, Djarwatiningsih, S.B. Putra, B. Wahyudi, M. Billah, N. Karaman, Penerapan teknologi penyulingan minyak atsiri di Kosagrha Medayu, Jurnal Pengabdian Kepada Masyarakat Nusantara, 3 (2023) 273-280.

[5] X. Yang, T. Liu, M. Wei, R. Zhao, H. Gu, J. Li, F. Chen, L. Yang, A Modified microwave hydrodistillation and simultaneous extraction in a rotating state to obtain essential oil, rosmarinic acid, and polysaccharides with sucrose stearate as an additive from perilla frutescens, Ind. Crops Prod, 181 (2022).

[6] M.T. Golmakani, M. Moayyedi, Comparison of heat and mass transfer of different microwave-assisted extraction methods of essential oil from citrus limon (Lisbon variety) Peel, Food Sci. Nutr., 3 (2015) 506-518.

[7] A. Radivojac, O. Bera, D. Mićić, S. Đurović, Z. Zeković, S. Blagojević, B. Pavlić, Conventional versus microwave-assisted hydrodistillation of sage herbal dust: Kinetics modeling and physico-chemical properties of essential oil, Food Bioprod. Process, 123 (2020) 90-101.

[8] M.V. Rao, A.S. Sengar, C.K. S., A. Rawson, Ultrasonication - A green technology extraction technique for spices: A Review, Trends Food Sci. Technol., 116 (2021) 975-991.

[9] R. Anggraini, A. Jayuska, A.H. Alimuddin, Isolasi dan karakterisasi minyak atsiri lada hitam asal Sajingan Kalimantan Barat, J. Kim. Khatulistiwa, 7 (2018) 124-125.

[10] R. Panjaitan, M. Mahfud, E.D. Cahyati, L. Pujaningtyas, The study of parameters of essential oil extraction from black pepper seed using microwave hydrodistillation by modeling, IOP Conf. Ser. Earth Environ. Sci., 749 (2021).

[11] R. Panjaitan, Mahfud, Microwave hydrodistillation of andaliman (Zanthoxylum acanthopodium DC) seed essential oil using box-behnken design, IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng, 1053 (2021).

[12] S. Akbari, S.M. Mahmood, I.M. Tan, B.J. Adeyemi, Evaluation of one factor at a time (OFAT) technique in viscosity modeling of polymer solution, J. Eng. Appl. Sci., (2017).

[13] M. Mahfud, Z. Ma’sum, D.S. Bhuana, A. Altway, Y. Yuniati, A comparison of essential oil extraction from the leaves of lemongrass (Cymbopogon nardus L.) using two microwave-assisted methods, J. Appl. Eng. Sci., (2022) 1-7.

[14] M. Samadi, Z. Zainal Abidin, H. Yoshida, R. Yunus, D.R. Awang Biak, Towards higher oil yield and quality of essential oil extracted from aquilaria malaccensis wood via the subcritical technique, Molecules, 25 (2020).

[15] J.M. Butler, J.E. Johnson, W.R. Boone, The heat is on: Room temperature affects laboratory equipment-an observational study, J. Assist. Reprod. Genet, 30 (2013) 1389-1393.

[16] W.R. Bussman, C.E. Baukal, Ambient condition effects on process heater efficiency, Energy, 34 (2009) 1624-1635.

[17] N. Sulaiman, M.I. Idayu, A. Ramlan, A.N. Farahiyah, Z.M. Taher, A.N. Rashidah, Enhancement of gaharu oleoresin quality by process optimization using response surface methodology, Biocatal. Agric. Biotechnol, 18 (2019).

[18] ISO 3061:2008 Oil of Black Pepper (Piper nigrum L.), 2 (2008).