

Penelitian/Research

## PENGARUH LAMA PENYULINGAN DAN UKURAN BAHAN TERHADAP HASIL DAN SIFAT FISIKO KIMIA MINYAK LIMBAH LADA PUTIH (*Piper nigrum* Linn.)

*Effect of Distillation Time and Particle Size on The Yield and Physico-Chemical Properties of White Pepper Oil Waste (Piper nigrum Linn.)*

Lucyana a) dan Sumarsi b)

a) Balai Pengembangan Kemurgi dan Aneka Industri

Balai Besar Penelitian dan Pengembangan Industri Hasil Pertanian (BBIHP)

Jl. Ir. H. Juanda 11, Bogor 16122

b) Balai Pengembangan Makanan, Minuman dan Fitokimia

Balai Besar Penelitian dan Pengembangan Industri Hasil Pertanian (BBIHP)

Jl. Ir. H. Juanda 11, Bogor 16122

---

**ABSTRACT** - A study on the effect of distillation time and particle size on the yield and physico-chemical properties of white pepper waste had been done. The particle sizes were ground pepper and whole pepper, and the distillation method was water and steam distillation for 2, 4, 6, 8, and 10 hours. The yield of pepper oil of whole pepper were 1.56, 1.84, 2.56, 2.77, and 2.97% respectively. For the ground pepper the yield were 2.50, 2.77, 2.81, 2.88, and 3.24%. The main components of the oil were alpha-pinene, beta-pinene, limonene, and beta-caryophyllene. The physico-chemical test showed that the oil was suited the requirements of EOA (Essential Oil Association of America).

### PENDAHULUAN

Indonesia termasuk salah satu negara produsen lada yang potensial di dunia. Lada hitam dan lada putih Indonesia telah memiliki pasar yang baik sehingga merupakan salah satu sumber devisa utama disektor non-migas.

Ekspor lada Indonesia selama ini sebagian besar dalam bentuk lada hitam dan lada putih serta sebagian kecil dalam bentuk minyak lada dan oleoresin. Produksi minyak lada Indonesia hanya 1% dari produksi minyak lada dunia dan pada tahun 1990 ekspor minyak lada Indonesia sebanyak 3.600 kg dengan nilai US \$ 76.898 (Biro Pusat Statistik, 1991).

Pada tahun 1990, pulau Bangka menghasilkan kurang lebih 26.200 ton lada putih dari luas areal 30.730 Ha.

Dari jumlah tersebut sekitar 20% merupakan sisa sortasi (limbah) lada putih ekspor yang dimanfaatkan untuk membuat lada bubuk dan dikonsumsi bagi kebutuhan lokal. Limbah lada putih atau lada putih mutu rendah merupakan hasil sortiran yang tidak dapat diekspor. Namun kini nilai ekonomisnya dapat ditingkat-

kan yakni dengan mengolahnya menjadi minyak lada (RISFAHERI, 1992).

Menurut GUENTHER (1954) dan PURSEGLOVE *et al* (1981) lada putih umumnya tidak disuling karena kandungan minyaknya rendah dan harganya mahal. Bahan baku yang baik dan hemat sebagai sumber minyak lada adalah kulit sisa pembuatan lada putih, sisa sortasi yang tidak dapat diekspor, lada hitam keriput, pecah atau rusak dan lada enteng.

Dalam rangka pemanfaatan limbah lada putih dan untuk meningkatkan nilai tambah bahan tersebut telah dilakukan percobaan ekstraksi oleoresin dengan berbagai jenis pelarut yang menghasilkan rendemen yang cukup tinggi dengan kadar piperin yang masih memenuhi standar perdagangan. Sebagai kelanjutannya dilakukan penelitian penyulingan minyak atsiri dari limbah lada putih serta analisis sifat fisiko kimianya.

### BAHAN DAN METODE

#### Bahan

Bahan baku yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah sisa sortasi lada putih ekspor (*Piper nigrum*

Linn.) yang diperoleh dari Kantor Departemen Perindustrian Kotamadya Pangkalpinang Bangka.

### Metode

#### Metode penyulingan

Limbah sisa sortasi lada putih sebelum dilakukan penyulingan ditetapkan dahulu kadar airnya, kemudian bahan ini masing-masing sebanyak 1 kg diberi perlakuan digiling kasar dan utuh (tidak digiling). Setelah itu dilakukan penyulingan secara kukus (water and steam distillation) dengan lama penyulingan 2, 4, 6, 8, dan 10 jam. Minyak atsiri yang diperoleh dikeringkan dengan natrium sulfat anhidrida.

#### Metode analisis

Minyak atsiri yang diperoleh ditetapkan mutunya sesuai dengan standar EOA (Essential Oil Association of America) yang meliputi bobot jenis pada suhu 25°C, indeks bias pada suhu 20°C, putaran optik, bilangan ester dan uji komponen utama penyusun minyak atsiri dengan kromatografi gas.

Analisis dengan kromatografi gas dilakukan dengan alat merk SHIMADZU type GC RL A dengan kondisi operasi sebagai berikut :

Ukuran (volume) contoh	: 0,3 l.
Kolom yang digunakan	: kolom kaca berganda
Panjang kolom	: 2,8 M.
Diameter kolom	: 1/8 in.
Fase diam	: Carbowax 20 M.
Gas pembawa	: nitrogen
Detektor yang digunakan	: FID dengan GC processor Merk SHIM
Kecepatan alir hidrogen	: 0,6 Kg/cm <sup>2</sup>
Kecepatan alir udara	: 0,5 kg/cm <sup>2</sup>
Kecepatan alir nitrogen	: 50 ml/menit
Temperatur detektor	: 225°C
Temperatur injektor	: 210°C
Temperatur awal kolom	: 100°C
Temperatur akhir kolom	: 2°C/menit
Kecepatan kertas	: 5 cm/menit

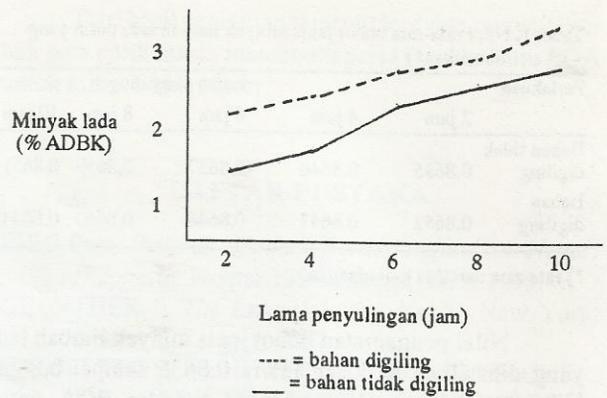
Teknik yang digunakan untuk identifikasi komponen yang terkandung dalam minyak atsiri tersebut adalah teknik pengkayaan puncak (Peak Enrichment).

Data hasil analisis diolah dengan menggunakan Rancangan Acak Lengkap dengan Percobaan Faktorial dan ulangan dilakukan sebanyak 2 kali (SUDJANA, 1985).

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Kadar minyak atsiri

Perlakuan ukuran bahan (kadar air 11,00%) dan lama penyulingan menghasilkan kadar minyak atsiri limbah lada putih yang jumlahnya dapat dilihat pada grafik gambar 1.



Gambar 1. Grafik hubungan antara lama penyulingan dengan kadar minyak limbah lada

Dari grafik tersebut terlihat bahwa semakin lama waktu penyulingan maka semakin tinggi minyak yang dihasilkan baik untuk perlakuan bahan digiling maupun tidak digiling. Hal ini terjadi karena penambahan waktu penyulingan menyebabkan penetrasi uap dengan bahan berlangsung lebih lama, sehingga semakin banyak minyak yang dihasilkan.

Hasil analisis keragaman menunjukkan bahwa ukuran bahan dan lama penyulingan serta interaksi keduanya berpengaruh sangat nyata terhadap kadar minyak atsiri yang dihasilkan.

Berdasarkan Uji Nilai Tengah Rentang Newman-Keuls terhadap perlakuan ukuran bahan menunjukkan bahwa terdapat perbedaan yang sangat nyata antara perlakuan bahan yang tidak digiling dan digiling. Hal ini terjadi karena pada bahan yang digiling sebagian dinding sel biji lada dan lemak yang melindungi kantong-kantong minyak telah pecah, sehingga minyak atsirinya akan lebih mudah tersuling dari pada bahan yang utuh. Penggilingan bahan juga menyebabkan proses hidrodifusi berjalan lebih cepat karena ukuran bahan semakin kecil sehingga menyebabkan bertambah besar minyak atsiri yang dihasilkan. Menurut GUENTHER (1954) proses hidrodifusi pada bahan utuh berjalan lebih lambat dibandingkan bahan yang lebih halus.

Hasil minyak limbah lada putih tertinggi diperoleh dari kombinasi perlakuan bahan digiling dengan lama penyulingan 10 jam, yaitu sebesar 3,24% sedangkan yang terkecil yaitu 1,56% diperoleh dari kombinasi perlakuan bahan tidak digiling dengan lama penyulingan 2 jam.

### Bobot jenis

Hasil analisis keragaman menunjukkan bahwa tidak terdapat perbedaan yang nyata antara perlakuan ukuran bahan dan lama penyulingan serta interaksi kedua macam perlakuan tersebut terhadap bobot jenis minyak atsiri yang dihasilkan. Hal ini menunjukkan bahwa perlakuan yang diberikan tidak berpengaruh terhadap sifat fisik (bobot jenis) minyak tersebut.

Nilai rata-rata bobot jenis minyak limbah lada putih yang dihasilkan dapat dilihat pada Tabel 1 dibawah ini.

Tabel 1. Nilai rata-rata bobot jenis minyak limbah lada putih yang dihasilkan\*)

Perlakuan	Lama penyulingan				
	2 jam	4 jam	6 jam	8 jam	10 jam
Bahan tidak digiling	0,8635	0,8640	0,8637	0,8650	0,8651
Bahan digiling	0,8652	0,8647	0,8646	0,8660	0,8644

\*) rata-rata dari dua kali ulangan

Nilai pengamatan bobot jenis minyak limbah lada yang dihasilkan berkisar antara 0,8635 sampai 0,8660. Nilai tersebut masih memenuhi Standar EOA untuk minyak lada hitam.

### Indeks bias

Hasil analisis keragaman menunjukkan bahwa tidak terdapat perbedaan yang nyata antara perlakuan ukuran bahan dan lama penyulingan serta interaksi kedua perlakuan tersebut terhadap indeks bias minyak limbah lada yang dihasilkan. Hal ini menunjukkan bahwa perlakuan yang diberikan mempunyai pengaruh sama terhadap indeks bias minyak.

Nilai rata-rata indeks bias minyak limbah lada putih yang dihasilkan dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Nilai rata-rata indeks bias minyak limbah lada putih yang dihasilkan \*)

Perlakuan	Lama penyulingan				
	2 jam	4 jam	6 jam	8 jam	10 jam
Bahan tidak digiling	1,4762	1,4766	1,4765	1,4771	1,4770
Bahan digiling	1,4779	1,4780	1,4781	1,4782	1,4776

\*) rata-rata dari dua kali ulangan

Nilai pengamatan indeks bias minyak limbah lada putih yang dihasilkan berkisar antara 1,4762 sampai 1,4782. Nilai tersebut masih memenuhi Standar EOA untuk minyak lada hitam.

### Putaran optik

Hasil analisis keragaman menunjukkan bahwa tidak terdapat perbedaan yang nyata antara perlakuan ukuran bahan, lama penyulingan serta interaksi keduanya terhadap putaran optik minyak atsiri dari limbah lada putih.

Nilai rata-rata putaran optik minyak limbah lada putih yang dihasilkan dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Nilai rata-rata putaran optik minyak limbah lada putih yang dihasilkan \*)

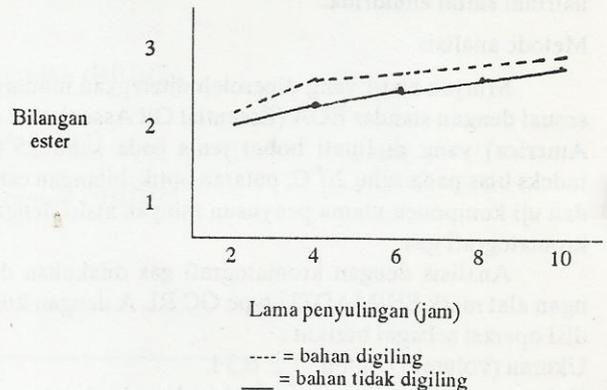
Perlakuan	Lama penyulingan				
	2 jam	4 jam	6 jam	8 jam	10 jam
Bahan tidak digiling	- 6,85	- 5,80	- 4,65	- 3,90	- 3,55
Bahan digiling	- 7,10	- 6,60	- 5,45	- 5,15	- 4,85

\*) rata-rata dari dua kali ulangan

Nilai pengamatan putaran optik minyak limbah lada putih yang dihasilkan berkisar antara - 7,10 sampai - 3,55. Nilai tersebut masih memenuhi syarat mutu Standar EOA untuk minyak lada hitam.

### Bilangan ester

Perlakuan ukuran dan lama penyulingan menghasilkan minyak atsiri limbah lada putih dengan bilangan ester yang nilainya dapat dilihat pada grafik Gambar 2. Dari grafik tersebut dapat dilihat bahwa pemberian ukuran bahan dan semakin lama penyulingan dapat menaikkan bilangan ester minyak atsiri tersebut.



Gambar 2. Grafik hubungan antara lama penyulingan dengan bilangan ester minyak limbah lada

Hasil analisis keragaman menunjukkan bahwa perlakuan ukuran bahan dan lama penyulingan berpengaruh nyata terhadap bilangan ester minyak limbah lada putih yang dihasilkan. Hal ini diduga karena semakin lama penyulingan maka semakin banyak komponen-komponen ester yang terikat sebagai fraksi berat ikut tersuling, sehingga menaikkan bilangan ester minyak tersebut.

Nilai pengamatan bilangan ester minyak limbah lada putih yang dihasilkan berkisar antara 2,35 sampai 4,07. Nilai tersebut masih memenuhi syarat mutu Standar EOA untuk minyak lada hitam.

### Analisis kromatografi

Hasil analisis dan identifikasi komponen utama yang terkandung dalam minyak limbah lada putih dengan perlakuan ukuran bahan dan lama penyulingan 10 jam dapat dilihat pada Gambar 3. Kandungan beberapa komponen utama dari minyak tersebut yang diidentifikasi menurut metoda pengkayaan puncak (Peak Enrichment) dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Beberapa komponen utama minyak atsiri limbah putih dengan lama penyulingan 10 jam \*)

Nama komponen	Konsentrasi relatif (% Area)	
	Bahan tidak digiling	Bahan digiling
alfa-pinene	7,33	7,51
beta-pinene	44,82	45,61
l-limonene	23,42	24,93
beta-caryophyllene	11,76	11,98

\*) rata-rata dari dua kali ulangan

Berdasarkan data tersebut di atas terlihat bahwa tidak ada perbedaan yang nyata antara perlakuan ukuran bahan terhadap konsentrasi (% area) beberapa komponen utama penyusun minyak atsiri dari limbah lada putih. Perlakuan penyulingan dengan bahan utuh (tidak digiling) dan bahan yang digiling hanya berpengaruh terhadap hasil (kadar) minyak atsiri yang dihasilkan tetapi tidak mempengaruhi konsentrasi komponen utama penyusunnya.

### KESIMPULAN

Perlakuan ukuran bahan dan lama penyulingan berpengaruh sangat nyata terhadap minyak atsiri limbah lada putih yang dihasilkan. Nilainya cenderung meningkat dengan semakin kecil ukuran bahan dan semakin lama penyulingan.

Perlakuan yang diberikan tidak berpengaruh terhadap bobot jenis, indeks bias, putaran optik, bilangan ester serta uji konsentrasi komponen utama dengan kromatografi gas minyak limbah lada putih. Nilai bobot jenisnya berkisar antara 0,863 sampai 0,866; indeks bias antara 1,4762 sampai 1,4782; putaran optik -7,10 sampai 3,55; dan bilangan ester 2,35 sampai 4,07.

Kombinasi perlakuan yang menghasilkan minyak limbah lada putih dengan hasil yang tinggi diperoleh dari perlakuan bahan digiling dengan lama penyulingan 10 jam, yaitu 3,24% (ADBK) dengan karakteristik sebagai berikut : bobot jenis (25/25) : 0,864, indeks bias (20°C) : 1,4776, putaran optik -4,85, bilangan ester; 4,07 serta komponen utama yang terkandung di dalamnya antara lain alfa-pinene, beta-pinene, limonene dan beta-caryophyllene.

Dari hasil penelitian tersebut ternyata minyak limbah lada putih masih memenuhi persyaratan mutu EOA untuk minyak lada hitam.

### DAFTAR PUSTAKA

- BIRO Pusat Statistik. *Statistik Perdagangan Luar Negeri Indonesia*, Ekspor 1990. Jakarta, BPS, 1991.
- GUENTHER, E. *The Essential Oils*, Vol.V. New York, Robert E. Kreiger, 1952.
- HASSELTROM, T.; HEWITT, E.J.; KONIGSBACKER, K.S. and RITTER, J.J. "Composition of Volatile Oil of Black Pepper, *Piper nigrum*". *J. Agric. and Food Chem.*, 5 (1) 1957 : 53 - 55.
- MASADA, Y. *Analysis of Essential Oils by Gas Chromatography and Mass Spectrometry*. New York, John Wiley, 1976.
- PURSEGLOVE, J.W.; BROWN, E.G.; GREEN, C.L. and ROBIN, S.R.J. *Spices*, Vol.1. New York, Longman, 1981.
- RISFAHERI. "Penyulingan Lada Enteng dan Karakteristik Minyaknya", *Pemberitaan Penelitian Tanaman Industri*, XVI (1) Juli-September 1990 : 38 - 42.
- SUDJANA, M.A. *Disain dan Analisis Eksperimen*, ed. 2. Bandung, Tarsito, 1985.