



Kajian Ekstraksi terhadap Karakteristik Oleoresin Lada Hitam (*Piper nigrum l.*) Menggunakan Metode *Ultrasound-Assisted Extraction*

Nabila Ayu Amanda, Alza Nadilla Syahrani, Nove Kartika Erliyanti*), Renova Panjaitan, Caecilia Pujiastuti, dan Soemargono

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

*) Penulis Korespondensi: nove.kartika.nke.tk@upnjatim.ac.id

DOI: <https://doi.org/10.21776/ub.rbaet.2023.007.02.02>

Abstract

Article History

Submitted:

July 31, 2023

Accepted:

October 20, 2023

Published:

October 31, 2023

© 2023 Universitas Brawijaya

Extraction Study of Black Pepper (Piper nigrum L.) Using Ultrasound-Assisted Extraction Method. Piper nigrum l. or black pepper, is a plant native to Indonesia that grows in Malaysia, Sri Lanka, Vietnam, and other Southeast Asian countries. Black pepper is processed into oleoresin by extraction. Ultrasound-assisted extraction is a method to increase the yield and efficiency of oleoresin extraction. This study aimed to examine the effect of extraction time and temperature on yield, density, refractive index, study chemical components of black pepper oleoresin, and assess the best relative results according to SNI 01-0025-1987-B. Black pepper powder was extracted by ultrasound using ethanol solvent. The ratio of material and solvent used is 0.37 w/v. The operating conditions were carried out at extraction times of 20, 35, 50, 65, and 80 minutes and extraction temperatures of 30, 40, 50, 60, and 70 °C with a frequency of 40 kHz. The results showed that increasing the extraction time and temperature caused the yield, density, and refractive index values to be greater. The best relative results at 80 minutes and 70°C with a dark brown color, in the form of a liquid paste, with a distinctive pepper aroma, yield 22.57%, density 0.8350 gram/ml, piperine content 74.78%, content 25.22 %, and a refractive index of 1.4900.

Keywords: black pepper; black pepper oleoresin; ultrasound-assisted extraction

Abstrak

Piper nigrum l. atau lada hitam, merupakan tanaman asli Indonesia yang juga tumbuh di Malaysia, Sri Lanka, Vietnam dan negara Asia Tenggara lainnya. Lada hitam dapat diolah sebagai oleoresin dengan melakukan ekstraksi. Ultrasound-Assisted Extraction adalah metode untuk meningkatkan hasil dan efisiensi ekstraksi oleoresin. Tujuan dari penelitian ini yaitu untuk mengkaji pengaruh waktu dan suhu ekstraksi terhadap rendemen, densitas, dan indeks bias, mengkaji komponen kimia oleoresin lada hitam serta mengkaji hasil relatif terbaik sesuai SNI 01-0025-1987-B. Bubuk lada hitam diekstraksi dengan ultrasound menggunakan pelarut etanol Rasio bahan dan pelarut yang digunakan adalah 0,37 b/v. Kondisi operasi dilakukan pada waktu ekstraksi 20, 35, 50, 65, dan 80 menit serta suhu ekstraksi 30, 40, 50, 60, dan 70 °C dan frekuensi 40 kHz. Hasil dari penelitian menunjukkan pengaruh waktu ekstraksi yang semakin lama dan suhu ekstraksi yang semakin tinggi maka rendemen, densitas, dan indeks bias yang dihasilkan akan semakin besar. Hasil relatif terbaik diperoleh pada waktu ekstraksi 80 menit dan suhu 70°C dengan warna coklat pekat, berbentuk pasta cair, beraroma khas lada, rendemen sebesar 22,57%, densitas sebesar 0,8350 gram/ml, kadar piperin sebesar 74,78%, kadar minyak atsiri sebesar 25,22%, dan indeks bias sebesar 1,4900.

Kata kunci: lada hitam; oleoresin lada hitam; ultrasound-assisted extraction



PENDAHULUAN

Indonesia merupakan negara penghasil lada hitam terbesar setelah Vietnam. Komoditas lada hitam mempunyai pengaruh besar dalam pasar dunia yang ditunjukkan dengan tingginya kuantitas ekspor lada hitam di negara tujuan ekspor. Data statistik perkebunan menyatakan bahwa pada tahun 2020, posisi Indonesia sebagai negara eksportir berada pada urutan kedua. Nilai ekspor lada hitam mencapai angka US\$65,64 juta [1]. Tingginya nilai ekspor lada tidak berbanding lurus dengan volume ekspor lada yang mengalami perlambatan sebesar 0,18% setiap tahunnya [2]. Volume ekspor lada hitam pada tahun 2020 mencapai 27.921,8936 kg/tahun, namun pada tahun 2021 volume ekspor lada hitam Indonesia menurun drastis hingga mencapai 14.195,1801 kg/tahun [1]. Penurunan ekspor lada hitam disebabkan oleh munculnya negara baru pengeksportir lada hitam seperti Vietnam dan meningkatnya persyaratan kualitas lada hitam di negara konsumen akibat meningkatnya persaingan komersial. Hal ini dikarenakan negara baru seperti Vietnam menjual lada hitam dalam bentuk produk olahan sebagai komoditas eksportir negara, sehingga perlu dilakukan upaya untuk meningkatkan ekspor lada hitam Indonesia dan diversifikasi kualitas lada hitam menjadi produk yang lebih bernilai komersial [3].

Lada hitam saat ini dijual secara utuh atau dalam bentuk bubuk, dengan risiko penurunan kualitas selama pengangkutan, sehingga perlu dilakukan pengolahan lebih lanjut menjadi produk berkualitas tinggi. Salah satu produk dari lada hitam yang lebih bernilai komersial yaitu dalam bentuk oleoresin. Komponen penyusun oleoresin terdiri dari minyak atsiri dan resin yang diperoleh dengan mengekstraksi rempah-rempah menggunakan pelarut organik [4]. Oleoresin memiliki keunggulan dibanding lada hitam utuh atau bubuk, yaitu rasa dan aromanya mirip rempah aslinya, umur simpan yang lama dan penyimpanan yang mudah, serta lebih higienis karena terhindar dari kontaminasi mikrobiologis [5]. Penggunaan oleoresin lada hitam dapat dijadikan sebagai bahan penyedap makanan [6].

Penelitian mengenai proses pengambilan oleoresin lada hitam di Indonesia menggunakan metode ekstraksi maserasi, soxhletasi, dan microwave assisted extraction (MAE) telah banyak dilakukan. Penelitian tentang ekstraksi oleoresin lada hitam dengan metode maserasi dan menggunakan etanol sebagai pelarut [7]. Hasil penelitian diperoleh rendemen sebesar 4,42% dengan variabel rasio perbandingan pelarut terhadap bahan sebesar 1:4 gram/ml dan dilakukan ekstraksi selama 4,68 jam. Penelitian tentang ekstraksi oleoresin

jahe gajah dengan metode soxhletasi dan etanol sebagai pelarut [8]. Variabel yang digunakan rasio perbandingan pelarut dan bahan sebesar 1:20 gram/ml selama 2 jam 30 menit, diperoleh hasil rendemen sebesar 2,62%. Penelitian dengan metode microwave assisted extraction (MAE) telah dilakukan oleh Olalere, dkk [9] dan didapatkan rendemen sebesar 5,64% dengan rasio perbandingan bahan dan pelarut sebesar 1:12 gram/ml dan waktu ekstraksi 90 menit.

Metode ekstraksi maserasi dan soxhletasi memiliki efisiensi ekstraksi yang rendah, dimana konsumsi energi cukup tinggi, namun proses ekstraksi terlalu lama [10]. Pada metode microwave assisted extraction (MAE) memiliki kekurangan seperti tidak semua pelarut bisa digunakan pada metode microwave assisted extraction (MAE) (dibutuhkan konstanta dielektrik yang tinggi), dibutuhkan waktu yang lama untuk menurunkan suhu microwave, dan suhu yang terlalu tinggi dapat merusak senyawa bioaktif pada bahan [11]. Oleh karena itu, untuk memperoleh oleoresin dengan pelarut minimum dibutuhkan suatu metode baru yaitu menggunakan metode dengan bantuan gelombang ultrasonik (Ultrasound-Assisted Extraction).

Ultrasound-Assisted Extraction merupakan ekstraksi berbantu gelombang ultrasonik menggunakan pelarut organik. Penggunaan gelombang ultrasonik memiliki kelebihan yaitu proses ekstraksi dapat dilakukan pada tekanan rendah dan temperatur rendah, serta menggunakan lebih sedikit bahan baku dan pelarut [12].

Berdasarkan uraian tersebut, maka dilakukan penelitian ekstraksi oleoresin lada hitam berbantuan gelombang ultrasonik. Penelitian ini bertujuan untuk mengkaji pengaruh waktu ekstraksi dan suhu ekstraksi pada rendemen, densitas, dan indeks bias oleoresin lada hitam yang dihasilkan, mengkaji komponen kimia pada produk oleoresin lada hitam relatif terbaik dan mengkaji produk oleoresin lada hitam relatif terbaik sesuai dengan SNI 01-0025-1987-B.

MATERIAL DAN METODE

Bahan utama pada penelitian ini adalah lada hitam yang dibeli dari petani lada hitam Surabaya. Bahan pendukung lainnya yaitu aquadest sebagai media perantara antara alat ultrasound cleaning bath dengan wadah ekstraksi, etanol 96% sebagai pelarut pada proses ekstraksi, dan natrium sulfat anhidrat sebagai bahan yang dapat mengikat kandungan air yang dibeli dari toko bahan kimia CV. Nirwana Surabaya.

Penelitian ekstraksi oleoresin lada hitam menggunakan metode ultrasound-assisted extraction dilakukan melalui tiga tahap. Tahap pertama dari

penelitian ini adalah lada hitam dikeringkan menggunakan oven dengan suhu pengeringan 105°C selama 20 menit [13]. Selanjutnya biji lada hitam dilakukan pengecilan ukuran partikel, kemudian diayak dengan ayakan ukuran 60 mesh (0,250 mm). Penelitian mengenai pengaruh ukuran bahan terhadap yield minyak lada hitam telah dilakukan oleh Panjaitan, dkk [14], dimana semakin kecil ukuran partikel maka luas permukaannya semakin besar sehingga dapat mempercepat proses difusi. Namun ukuran partikel yang terlalu kecil dapat menimbulkan penggumpalan bahan di dalam wadah ekstraksi, sehingga menghambat proses difusi. Hasil penelitian diperoleh yield tertinggi sebesar 1,056% dengan variabel ukuran bahan 60 mesh (0,250 mm).

Pelarut yang digunakan untuk ekstraksi adalah pelarut dengan daya melarutkan tinggi terhadap senyawa yang diekstraksi. Daya melarutkan yang tinggi, berhubungan dengan kepolaran pelarut dan kepolaran senyawa yang diekstraksi. Konstanta dielektrikum adalah gaya tolak-menolak antara dua partikel bermuatan listrik dalam suatu molekul. Semakin tinggi konstanta dielektrikum, maka semakin polar pelarut tersebut [15]. Konstanta dielektrikum pelarut organik disajikan pada **Tabel 1**.

Tabel 1. Konstanta dielektrikum pelarut organik

Pelarut	Konstanta Dielektrikum
n-heksana	2
Etil Asetat	6
Khloroform	4,8
Asam asetat	6,2
Benzen	2,3
Etanol	24,3
Metanol	33,1
Air	80,4

Oleoresin merupakan senyawa polimer yang sebagian besar terdiri dari komponen polar, sehingga akan lebih mudah larut dalam pelarut polar. Namun penggunaan pelarut yang sangat polar seperti air tidak dapat meningkatkan kadar impuritas produk [16]. Metanol memiliki konstanta dielektrik paling tinggi diantara pelarut organik lainnya, namun menurut FDA (*Food and Drug Administration*). Penggunaan metanol sebagai pelarut dalam ekstraksi dinilai berbahaya dikarenakan metanol bukan merupakan pelarut food grade [17]. Ekstraksi oleoresin menggunakan pelarut etanol, dikarenakan etanol mempunyai polaritas yang tinggi dibandingkan dengan pelarut organik lain yang sering digunakan seperti aseton dan heksana, sehingga mampu untuk

melarutkan senyawa resin, lemak, minyak, asam lemak, karbohidrat, dan senyawa lainnya [12].

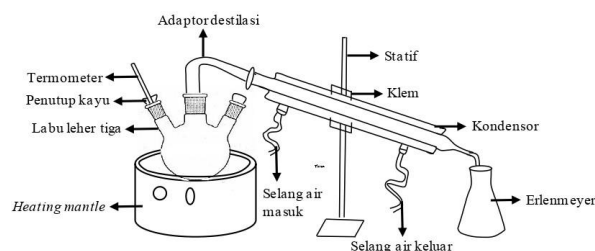
Tahap kedua dari penelitian ini adalah proses ekstraksi oleoresin dengan metode ultrasound-assisted extraction dan pelarut etanol. Rangkaian alat ekstraksi oleoresin lada hitam menggunakan metode ultrasound assisted extraction disajikan pada **Gambar 1**.



Gambar 1. Rangkaian alat ekstraksi oleoresin lada hitam menggunakan metode ultrasound assisted extraction BAKU Tank BK-1200

Bubuk lada hitam yang telah berukuran 60 mesh (0,250 mm), kemudian ditimbang sebanyak 37 gram, lalu dimasukkan ke dalam beaker glass tertutup aluminium foil dengan rasio bahan dengan pelarut sebesar 0,37 b/v [6]. Beaker glass tertutup yang telah berisi lada hitam dan etanol dimasukkan ke dalam alat ultrasound cleaning bath dengan frekuensi 40 kHz yaitu berdasarkan spesifikasi pada alat *ultrasound cleaning bath*. Proses ekstraksi dilakukan pada suhu ekstraksi 30, 40, 50, 60, dan 70 °C selama 20, 35, 50, 65, dan 80 menit. Kemudian, hasil ekstraksi dilakukan proses filtrasi menggunakan kertas saring untuk memisahkan residu dengan filtrat. Hasil filtrat masih terkandung air yang berasal dari pelarut yang digunakan yaitu etanol 96%, dimana kandungan air pada etanol sebesar 4%, sehingga hasil filtrasi pertama ditambahkan natrium sulfat anhidrat sebanyak 1 gram [18], kemudian dilakukan filtrasi kembali untuk memisahkan air dengan filtrat.

Tahap ketiga dari penelitian ini adalah proses destilasi menggunakan metode destilasi sederhana. Rangkaian alat destilasi sederhana disajikan pada **Gambar 2**.



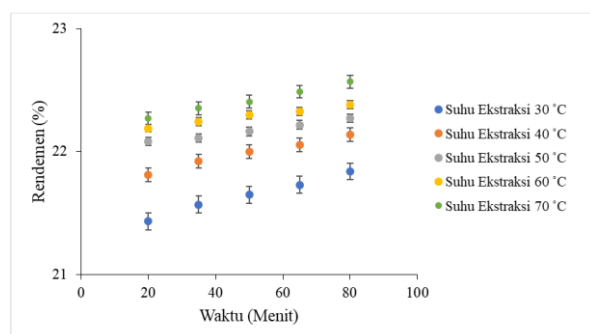
Gambar 2. Rangkaian alat destilasi sederhana

Hasil filtrasi berupa filtrat, selanjutnya akan dipisahkan dengan menggunakan destilasi sederhana. Filtrat tersebut dituang ke dalam labu destilasi. Proses destilasi dioperasikan pada suhu 78 °C (titik didih pelarut) selama 80 menit. Uap etanol yang dihasilkan pada saat proses destilasi akan mengalir menuju kondensor, yang berfungsi merubah fase uap menjadi fase cair dan menampung etanol yang telah terpisah dari oleoresin menggunakan erlenmeyer. Sisa filtrat yang terdapat didalam labu destilasi merupakan oleoresin yang dihasilkan dari lada hitam. Oleoresin lada hitam yang telah didestilasi dilakukan analisis secara kuantitas dan kualitas.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengaruh Waktu Ekstraksi terhadap Rendemen Oleoresin pada berbagai Suhu Ekstraksi

Variabel yang digunakan pada penelitian ini adalah waktu ekstraksi selama 20, 35, 50, 65, dan 80 menit serta suhu ekstraksi 30, 40, 50, 60, dan 70°C. Hubungan pengaruh variasi waktu ekstraksi dan suhu ekstraksi yang digunakan pada hasil rendemen oleoresin, disajikan pada **Gambar 3**.



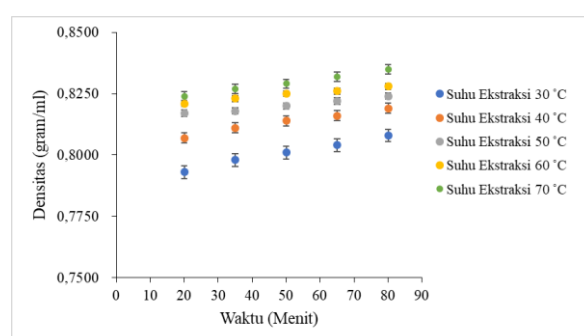
Gambar 3. Pengaruh waktu ekstraksi terhadap rendemen oleoresin lada hitam dalam berbagai suhu ekstraksi

Waktu ekstraksi yang sama dengan semakin meningkatnya suhu ekstraksi, menghasilkan rendemen oleoresin lada hitam yang semakin meningkat. Peningkatan rendemen disebabkan pori-pori lada hitam mengembang yang disebabkan oleh peningkatan suhu ekstraksi [19]. Waktu ekstraksi yang sama dengan semakin meningkatnya suhu ekstraksi menyebabkan semakin banyaknya jumlah gelembung kavitas yang dibantu dari gelombang ultrasonik [20]. Gelembung kavitas (*cavitation bubbles*) merupakan gelembung-gelembung kecil yang semakin lama semakin besar, sehingga mempercepat kerusakan dinding sel lada hitam mengakibatkan komponen yang terkandung di dalam sel lada hitam keluar atau berdifusi dan bercampur dengan pelarut sehingga

jumlah rendemen oleoresin meningkat [21]. Berdasarkan hasil penelitian didapatkan rendemen relatif terbaik yaitu pada variabel waktu ekstraksi 80 menit dan suhu ekstraksi 70°C dengan nilai rendemen sebesar 22,57%.

Pengaruh Waktu Ekstraksi terhadap Densitas Oleoresin pada berbagai Suhu Ekstraksi

Variabel yang digunakan pada penelitian ini adalah waktu ekstraksi selama 20, 35, 50, 65, dan 80 menit serta suhu ekstraksi 30, 40, 50, 60, dan 70°C. Hubungan pengaruh variasi waktu ekstraksi dan suhu ekstraksi yang digunakan terhadap densitas oleoresin yang dihasilkan, disajikan pada **Gambar 4**.



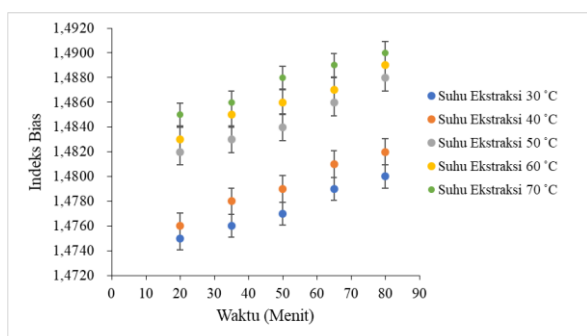
Gambar 4. Pengaruh waktu ekstraksi terhadap densitas oleoresin lada hitam berbagai suhu ekstraksi

Densitas oleoresin yang didapatkan mengalami peningkatan seiring kenaikan suhu ekstraksi. Waktu ekstraksi yang sama dengan semakin meningkatnya suhu ekstraksi, menyebabkan sebagian dari fraksi ringan (minyak atsiri) oleoresin akan menguap sehingga komponen oleoresin didominasi oleh fraksi berat yaitu resin (piperin).

Komponen minyak menguap (*volatile oil*), biasa disebut minyak atsiri, sedangkan oleoresin merupakan campuran antara komponen minyak tidak menguap (*non-volatile oil*) dan minyak atsiri. Minyak atsiri sangat mudah menguap pada suhu ruang dan penguapan akan semakin besar seiring dengan tingginya suhu ekstraksi Waktu ekstraksi yang sama dengan semakin meningkatnya suhu ekstraksi, maka akan semakin mudah terbentuknya resin sebagai komponen yang tidak mudah menguap [22]. Hal ini dibuktikan dengan hasil pengujian GC-MS pada **Tabel 2** yang menunjukkan bahwa komponen piperin sebagai fraksi berat, merupakan komponen utama dalam produk oleoresin yang dihasilkan. Berdasarkan hasil penelitian didapatkan pada kondisi ekstraksi dengan rendemen relatif terbaik (70°C selama 80 menit) yaitu nilai densitas sebesar 0,8350 gram/ml.

Pengaruh Waktu Ekstraksi terhadap Indeks Bias Oleoresin pada berbagai Suhu Ekstraksi

Variabel penelitian ini adalah waktu ekstraksi selama 20, 35, 50, 65, dan 80 menit dan suhu ekstraksi 30, 40, 50, 60, dan 70°C. Hubungan pengaruh variasi waktu ekstraksi dan suhu ekstraksi dan yang digunakan terhadap indeks bias oleoresin yang dihasilkan, disajikan pada **Gambar 5**.



Gambar 5. Pengaruh waktu ekstraksi terhadap indeks bias oleoresin lada hitam berbagai suhu ekstraksi

Pada **Gambar 5** menunjukkan bahwa indeks bias akan mengalami kenaikan seiring peningkatan suhu ekstraksi. Indeks bias oleoresin berhubungan dengan komponen penyusun dalam oleoresin yang dihasilkan. Sama seperti densitas, dimana komponen penyusun oleoresin dapat dipengaruhi oleh nilai dari indeks bias oleoresin yang diuji. Berat jenis sering dihubungkan dengan fraksi berat komponen-komponen yang terkandung didalamnya. Waktu ekstraksi yang sama dengan semakin meningkatnya suhu ekstraksi, maka menyebabkan semakin banyak komponen rantai panjang pada oleoresin lada hitam dapat terekstrak. Ketika lebih banyak komponen rantai panjang terekstrak, maka kerapatan medium oleoresin meningkat dan warna oleoresin menjadi lebih pekat, membuat pembiasan cahaya pada oleoresin sulit terjadi. Kepekatan warna oleoresin merupakan indikator yang menentukan kualitas oleoresin. Semakin pekat warna oleoresin maka akan semakin tinggi indeks biasnya, begitupun sebaliknya [12]. Berdasarkan hasil penelitian didapatkan pada kondisi ekstraksi dengan rendemen relatif terbaik (70°C selama 80 menit) yaitu nilai indeks bias sebesar 1,4900.

Komponen Kimia Oleoresin Lada Hitam (*Piper nigrum* L.) Hasil Penelitian Relatif Terbaik

Kualitas oleoresin lada hitam dapat diketahui dengan cara analisis Gas Chromatography Mass Spectrometry (GC-MS) guna mengetahui komponen beserta

persentase komponen oleoresin lada hitam. Senyawa yang paling berpengaruh dalam menentukan kualitas oleoresin lada hitam adalah piperin. Semakin tinggi persentase piperin, maka kualitas oleoresin semakin bagus [7]. Senyawa oleoresin lada hitam yang berhasil terekstrak menggunakan *Ultrasound-Assisted Extraction*, didapatkan dari hasil ekstraksi relatif terbaik kondisi (waktu dan suhu ekstraksi sebesar 80 menit dan 70°C) yakni didapatkan sebanyak 26 komponen seperti yang ditunjukkan pada **Tabel 2**.

Tabel 2. Analisis GC-MS Oleoresin Lada Hitam

Nama Senyawa	Berat (%)	Keterangan
<i>Linalool</i>	1,28	Minyak Atsiri
<i>Terpinen-4-ol</i>	0,81	Minyak Atsiri
<i>Sabinene</i>	0,91	Minyak Atsiri
<i>Caryophyllene</i>	6,95	Minyak Atsiri
<i>Humulene</i>	0,71	Minyak Atsiri
<i>Naphthalene, decahydro-4a-methyl-1-methylene-7-(1-methylethenyl)-, [4aR-(4aa,7a,8aβ)]-</i>	0,75	Minyak Atsiri
<i>1-Isopropyl-4,7-dimethyl-1,2,3,5,6,8a-hexahydronaphthalene</i>	1,49	Minyak Atsiri
<i>3-Methoxymethyl-2,5,5,8a-tetramethyl-6,7,8,8a-tetrahydro-5H-chromene</i>	1,17	Minyak Atsiri
<i>Caryophyllene oxide</i>	3,40	Minyak Atsiri
<i>Isospathulenol</i>	2,77	Minyak Atsiri
<i>1-Naphthalenol, 1,2,3,4,4a,7,8,8a-octahydro-1,6-dimethyl-4-(1-methylethyl)-, [1R-(1a,4β,4aβ,8aβ)]-</i>	2,18	Minyak Atsiri
<i>Aromadendrene oxide-(2)</i>	1,04	Minyak Atsiri
<i>Isospathulenol</i>	1,07	Minyak Atsiri
<i>2,4-Decadienamide, N-isobutyl-, (E,E)-</i>	7,35	Turunan piperin
<i>Cyclohexane, 1-ethenyl-1-methyl-2,4-bis(1-methylethenyl)-, [1S-(1a,2β,4β)]-</i>	0,69	Minyak Atsiri
<i>(2E,4E)-1-(Piperidin-1-yl)deca-2,4-dien-1-one</i>	4,03	Turunan piperin
<i>(2E,4E)-1-(Piperidin-1-yl)dodeca-2,4-dien-1-one</i>	1,51	Turunan piperin
<i>(E)-3-(Benzo[d][1,3]dioxol-5-yl)-1-(piperidin-1-yl)prop-</i>	0,86	Turunan piperin

2-en-1-one (E)-5-(Benzo[d][1,3]dioxol-5-yl)-1-(piperidin-1-yl)pent-2-en-1-one	13,67	Turunan piperin
Piperidine, 1-[5-(1,3-benzodioxol-5-yl)-1-oxo-2,4-pentadienyl]-, (Z,Z)-	10,06	Turunan piperin
6-(Hydroxymethyl)exemestane	1,37	Turunan piperin
Piperine	27,70	Piperin
Retrofractamide-A	0,60	Turunan piperin
(E)-9-(Benzo[d][1,3]dioxol-5-yl)-1-(pyrrolidin-1-yl)non-8-en-1-one	1,16	Turunan piperin
(E)-9-(Benzo[d][1,3]dioxol-5-yl)-1-(piperidin-1-yl)non-8-en-1-one	5,68	Turunan piperin
(2E,4E,8E)-9-(Benzo[d][1,3]dioxol-5-yl)-1-(piperidin-1-yl)nona-2,4,8-trien-1-one	0,78	Turunan piperin

Oleoresin adalah campuran dari resin dan minyak atsiri. Komponen terbesar dalam oleoresin lada hitam adalah piperin dan turunannya. Rasa pedas pada lada hitam dihasilkan dari zat piperin dan chavicine [23]. Pada penelitian ini, yang termasuk isomer dari piperin adalah chavicine dengan nama senyawa Piperidine, 1-[5-(1,3-benzodioxol-5-yl)-1-oxo-2,4-pentadienyl]-, (Z,Z)-. Senyawa alkaloid yang terdeteksi selain piperin adalah piperolein B dengan nama senyawa (E)-9-(Benzo[d][1,3]dioxol-5-yl)-1-(pyrrolidin-1-yl)non-8-en-1-one dan (E)-9-(Benzo[d][1,3]dioxol-5-yl)-1-(piperidin-1-yl)non-8-en-1-one; piperanin dengan nama senyawa (E)-5-(Benzo[d][1,3]dioxol-5-yl)-1-(piperidin-1-yl)pent-2-en-1-one; pellitorine dengan nama senyawa 2,4-Decadienamida, N-isobutyl-, (E,E)-; retrofractamide-A; 6-(hydroxymethyl)exemestane; dehydropipernonaline dengan nama senyawa (2E,4E)-1-(Piperidin-1-yl)dodeca-2,4-dien-1-one dan (2E,4E,8E)-9-(Benzo[d][1,3]dioxol-5-yl)-1-(piperidin-1-yl)nona-2,4,8-trien-1-one; achilleamide dengan nama senyawa (2E,4E)-1-(Piperidin-1-yl)deca-2,4-dien-1-one; dan ilepcimide dengan nama senyawa (E)-3-(Benzo[d][1,3]dioxol-5-yl)-1-(piperidin-1-yl)prop-2-en-1-one. Persentase komposisi piperin dan turunan piperin pada penelitian ini 74,78%.

Minyak atsiri lada hitam dibedakan menjadi dua golongan yaitu golongan senyawa monoterpen dan golongan senyawa sesquiterpen [24]. Senyawa monoterpen berperan dalam memberikan aroma khas lada hitam, sedangkan senyawa sesquiterpen memberikan sensasi pedas pada lada hitam. Pada

penelitian ini yang termasuk senyawa monoterpen adalah linalool; terpinen-4-ol dan sabinene sedangkan yang termasuk senyawa sesquiterpen adalah caryophyllene; humulene; naphthalene, decahydro-4a-methyl-1-methylene-7-(1-methylethenyl)-, [4a-(4aa,7a,8a β)]-; 1-isopropyl-4,7-dimethyl-1,2,3,5,6,8a-hexahydronaphthalene; 3-methoxymethyl-2,5,5,8a-tetramethyl-6,7,8,8a-tetrahydro-5h-chromene; caryophyllene oxide; isospathulenol; 1-naphthalenol, 1,2,3,4,4a,7,8,8a-octahydro-1,6-dimethyl-4-(1-methylethyl)-, [1r-(1a,4 β ,4a β ,8a β)]-; aromadendrene oxide-(2); isospathulenol dan cyclohexane, 1-ethenyl-1-methyl-2,4-bis(1-methylethenyl)-, [1s-(1a,2 β ,4 β)]-. Persentase komposisi minyak atsiri pada penelitian ini sebesar 25,22%. Hasil yang didapatkan dipengaruhi oleh waktu ekstraksi yang sama dengan semakin meningkatnya suhu ekstraksi menyebabkan komponen terekstrak dengan maksimal karena proses difusi berlangsung secara optimal [25].

Perbandingan Spesifikasi Oleoresin Lada Hitam (*Piper nigrum* L.) SNI 01-0025-1987-B dan Hasil Penelitian Relatif Terbaik

Standar oleoresin SNI (01-0025-1987-B) menyatakan spesifikasi warna, bentuk, aroma, persentase piperin, persentase minyak atsiri, dan indeks bias oleoresin lada hitam. Perbandingan spesifikasi oleoresin lada hitam SNI 01-0025-1987-B dan hitam hasil penelitian relatif terbaik (waktu dan suhu ekstraksi sebesar 80 menit dan 70°C) disajikan pada **Tabel 3**.

Tabel 3. Perbandingan spesifikasi oleoresin lada hitam SNI 01-0025-1987-B dan hasil penelitian relatif terbaik

Karakteristik	SNI	Hasil penelitian relatif terbaik
Warna	Coklat muda, coklat kehijauan, coklat pekat	Coklat pekat
Bentuk	Pasta cair, pasta kental	Pasta cair
Aroma	Khas lada	Khas lada
Persentase piperin %	Minimal 35,0%	5% \pm 74,78%
Persentase minyak atsiri %	Minimal 10,0%	5% \pm 25,22%
Indeks bias	1,4820-1,4960	0,05 \pm 1,4900

Pada **Tabel 3** menunjukkan bahwa produk oleoresin yang dihasilkan berwarna coklat pekat dengan bentuk pasta cair dan memiliki tekstur lengket. Hal ini disebabkan karena adanya kandungan resin pada oleoresin. Kadar piperin dan kadar minyak atsiri pada oleoresin yang dihasilkan secara berturut-turut sebesar 74,78% dan 25,22%. Berdasarkan

perbandingan tersebut dapat diketahui bahwa produk oleoresin yang dihasilkan menggunakan metode Ultrasound-Assisted Extraction telah memenuhi standar SNI 01-0025-1987-B.

KESIMPULAN

Waktu ekstraksi dan suhu ekstraksi mempengaruhi rendemen, densitas, dan indeks bias. Waktu ekstraksi yang sama dengan semakin meningkatnya suhu ekstraksi maka semakin besar nilai rendemen, densitas, dan indeks bias yang dihasilkan. Hasil penelitian relatif terbaik diperoleh dengan metode ultrasound-assisted extraction diperoleh pada waktu ekstraksi 80 menit dan suhu ekstraksi 70°C dengan rendemen sebesar 22,57%, densitas sebesar 0,8350 gram/ml, dan indeks bias sebesar 1,4900. Komponen kimia terbesar yang terkandung pada hasil penelitian relatif terbaik dengan waktu ekstraksi 80 menit dan suhu ekstraksi 70°C, yakni piperin beserta turunannya. Hasil penelitian telah sesuai dengan SNI Oleoresin 01-0025-1987-B standar mutu oleoresin lada hitam. Oleoresin yang dihasilkan berwarna coklat pekat dengan bentuk pasta cair dan memiliki aroma lada yang pedas. Presentase total piperin dan presentase total minyak atsiri pada oleoresin yang dihasilkan secara berturut-turut sebesar 74,78% dan 25,22%.

ACKNOWLEDGMENTS

REFERENCES

- [1] Badan Pusat Statistik. "Ekspor Lada Hitam Utuh 2020-2021", 2022. <https://www.bps.go.id/>
- [2] H.J. Purba, Erwidodo, D.H. Azahari, V. Darwis, F.B. Marojahan, J. Hestina, and E.S. Yusuf, "Strategi dan Kebijakan Peningkatan Ekspor Lada Indonesia", Jakarta, Pusat Sosial Ekonomi dan Kebijakan Pertanian Sekretariat Jenderal kementerian Pertanian. 2020
- [3] Risfaheri, "Diversifikasi Produk Lada (*Piper nigrum*) untuk Peningkatan Nilai Tambah", *Jurnal Teknologi Pertanian*, vol. 8, pp. 15 – 26, 2012.
- [4] S. Sulhatun, J. alaluddin, and T. Tisara, "Pemanfaatan Lada Hitam sebagai Bahan Baku Pembuatan Oleoresin dengan Metode Ekstraksi", *Jurnal Teknologi Kimia Unimal*, vol. 2, pp. 16–30, 2013.
- [5] J.G. Lee, Y. Chae, Y. Shin, Y.J. Kim, "Chemical Composition and Antioxidant Capacity of Black Pepper Pericarp", *Applied Biological Chemistry*, vol. 63, pp. 1-9, 2020.
- [6] Ananingsih, "Ekstraksi Oleoresin Biji Pala", Jawa Tengah. Universitas Katolik Soegijapranata, 2018.
- [7] L. Fitriyana, I. Irmayanti, P.M. Sari, and V. "Muhardina, Ekstraksi Oleoresin Lada Hitam secara Maserasi Menggunakan Metode Permukaan Respon", *Jurnal Serambi Engineering*, vol. 3, pp. 215-221, 2018.
- [8] D.R. Wijaya, M. Paramitha, and N.P. Putri, "Ekstraksi Oleoresin Jahe Gajah (*Zingiber Officinale* Var. *Officinarum*) dengan Metode Sokletasi", *Jurnal Konversi*, vol. 8, pp. 9-16, 2019.
- [9] O.A. Olalere, N.H. Abdurahman, R. Yunus, O.R. Alara, and S. Akbari, "Evaluation of Optimization Parameters in Microwave Reflux Extraction of Piperine-Oleoresin from Black Pepper (*Piper nigrum*)", *Beni-Suef University Journal of Basic and Applied Sciences*, vol. 7, pp. 626–631, 2018.
- [10] N.K. Erliyanti, E.A. Saputro, R.R. Yogaswara, and E. Rosyidah, "Aplikasi Metode Microwave Hydrodistillation pada Ekstraksi Minyak Atsiri dari Bunga Kamboja (*Plumeria alba*)", *Jurnal Iptek*, vol. 24, pp. 37-44, 2020.
- [11] F. Chemat and G. Cravotto, *Microwave-assisted Extraction for Bioactive Compounds*. USA: Springer., 2012
- [12] B. Baihaqi, I.W. Budiastara, S. Yasni, E. Darmawati, "Improvement of Oleoresin Extraction Effectiveness in Nutmeg by Ultrasound Assisted Method", *Jurnal Keteknik Pertanian*, vol. 6, pp. 249-254, 2018.
- [13] R.T.M. Sutamihardja, N. Yuliani, and O. Rosani, "Optimasi Suhu Pengeringan dengan Menggunakan Oven terhadap Mutu Lada Hitam dan Lada Putih Bubuk". *Jurnal Ilmiah Ilmu-Ilmu Biologi dan Kimia*, vol. 8, pp. 80-86, 2018.
- [14] R. Panjaitan, N.K. Erliyanti, S.B. Putra, A.P. Wicaksono, A.N. Syahrani, and N.A. Amanda, "Parameter Evaluation of Extraction using Microwave Hydrodistillation Ultrasonic-Pretreatment on Yield of Black Pepper Oil", *Konversi*, vol. 12, pp. 12-15, 2023.
- [15] A.K. Arsa and S. Achmad, "Ekstraksi Minyak Atsiri dari Rimpang Temu Ireng (*Curcuma Aeruginosa* Roxb) dengan Pelarut Etanol dan n-Heksana", *Jurnal Teknologi Technoscintia*, 13(1), 83-94, 2020.
- [16] Z. Rafiee, M. Jafari, M. Alami, and M. Khomeiri, "Microwave-Assisted Extraction of Phenolic Compounds From Olive Leaves: Comparison

- with Maceration", *The Journal of Animal & Plant Sciences*, vol. 21, pp. 738-745, 2011.
- [17] L.U. Khasanah, B.K. Anandhito, Q. Uyun, R. Utami, G.J. Manuhara, "Optimasi Proses Ekstraksi dan Karakterisasi Oleoresin Daun Kayu Manis (*Cinnamomum Burmanii*) Dua Tahap", *Indonesian Journal of Essential Oil*, vol. 2, pp. 20-28, 2017
- [18] F.A.S. Miranda, E.D. Iftitah, Warsito, A.N. Adillatunnissa Nur, and F.A. Seta, "Continuous Essential Oil and Oleoresin Extraction from Star Anise (*Illicium verum*) by Hydrodistillation and Solvent Extraction", *The Indonesian Green Technology Journal*, pp. 58-63, 2022.
- [19] N. Rupini, I. Widarta, I. Nengah, and I. Putra, "Optimasi Suhu dan Waktu Ekstraksi Kulit Kayu Manis (*Cinnamomum burmanii*) dengan Gelombang Ultrasonik Menggunakan Response Surface Methodology (Rsm)", *Scientific Journal of Food Technology*, vol. 4, pp. 52-62, 2017.
- [20] C.V.M. Kristina, N.L.A. Yusasrini, and N.M. Yusa, "Pengaruh Waktu Ekstraksi dengan Menggunakan Metode Ultrasonic Assisted Extraction (UAE) Terhadap Aktivitas Antioksidan Ekstrak Daun Duwet (*Syzygium cumini*)" *Jurnal Ilmu dan Teknologi Pangan*, vol. 11, pp. 13-21, 2022.
- [21] S. Rathod, and V. Rathod, "Extraction of Piperine from Piper Longum using Ultrasound", *Industrial Crops and Products*, vol.58, pp. 259–264, 2014.
- [22] A.N. Amir and P.F. Lestari, "Pengambilan Oleoresin dari Limbah Ampas Jahe Industri Jamu (PT. Sido Muncul) dengan Metode Ekstraksi", *Jurnal Teknologi Kimia dan Industri*, vol. 3, pp. 88-95, 2013.
- [23] N. Hikmawanti, A.C. Hariyanti, and V. Viransa, "Kandungan Piperin dalam Ekstrak Buah Lada Hitam dan Buah Lada Putih (*Piper nigrum* L.) yang Diekstraksi dengan Variasi Konsentrasi Etanol Menggunakan Metode Klt-Densitometri", *Media Farmasi*, vol. 13, pp. 173-185, 2016.
- [24] N.S. Dosoky, P. Satyal, L.M. Barata, J.K.R. Silva, and W.N. Setzer, "Volatiles of Black Pepper Fruits (*Piper nigrum* l)", *Journal Molecules*, vol. 1, pp. 1-15, 2019.
- [25] K. Anwar, F. Istiqamah, and S. Hadi, Optimasi Suhu dan Waktu Ekstraksi Akar Pasak Bumi (*Eurycoma longifolia* jack.) menggunakan Metode RSM (response surface methodology) dengan Pelarut Etanol 70%", *Jurnal Pharmascience*, vol. 8, pp. 53-64, 2021.

AUTHOR'S DECLARATION

Authors' contributions and responsibilities

All authors contribute equally.

Funding

There is no funding for this research.

Availability of data and materials

All data are available from the authors.

Competing interests

The authors declare no competing interest.

Additional information

No additional information from the authors.