



The Effect of F:S Ratio, Temperature, Particle Diameter, and Mixing Speed in The Dispersive Contact Batch Extraction of *Phaleria macrocarpa* Fruit Using 70%-v Ethanol Solvent

Susiana Prasetyo S.*, Angelia Salim, Tedi Hudaya

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Universitas Katolik Parahyangan
Jalan Ciumbuleuit 94, Bandung 40141, Telp. (022) 2032655, Fax. (022) 2032700

*E-mail: susianaprasetyo@yahoo.com

Abstract

Phaleria macrocarpa is a native Indonesian plant from Papua, which has a high content of antioxidant and antimicrobial bioactive compounds. Therefore, it offers a very high potential to be utilized as the raw material for food preservative and supplement, as well as herbal medicine. This study was conducted for the development of the extraction and separation technology to obtain the useful bioactive compounds within a high quality extract from *Phaleria macrocarpa* fruit. Solid-liquid extraction was performed by dispersive contact using 70%-v ethanol in a 2 L batch extractor. The extraction process involved some variations of the process variables, namely F:S ratio (0.025 – 0.05 g/mL), temperature (28 – 52°C), particle effective diameter (0.22 – 0.90 cm), and mixing speed (140 – 400 rpm). The experimental series were carried out by using a Box-Behnken design with 3 center points, in order to comprehend both responses of yield oleoresin time profile and antioxidant activity (as DPPH equivalent). The experiments by varying those process variables could be used to estimate the volumetric mass transfer coefficient (k_{La}) using macroscopic balance based on a lumped model. The extraction optimum conditions were found at F:S ratio of 0.03 g/mL; temperature at 28°C; mixing speed 400 rpm; and particle diameter of 0.76 cm under which the highest yield of 94.56% , DPPH equivalent of 3.7364 $\mu\text{mol DPPH/mg}$ crude extract, and mass transfer coefficient of 0.0192 s^{-1} were obtained.

Keywords: dispersive, DPPH equivalent, k_{La} , *Phaleria macrocarpa*, yield

Pendahuluan

Indonesia merupakan negara tropis yang memiliki keanekaragaman hayati yang tinggi, baik flora maupun fauna. Menurut LIPI, terdapat dua juta spesies tumbuhan yang telah dikenali dan 60% dari jumlah tersebut berada di Indonesia. Indonesia mempunyai potensi yang luar biasa akan kekayaan tanaman yang berfungsi sebagai sumber pangan, kosmetik, dan obat-obatan. Salah satu jenis tanaman yang memiliki potensi tersebut adalah mahkota dewa. Tanaman dengan nama Latin *Phaleria macrocarpa* (Scheff.) Boerl *Phaleria Papuana* Warb var *Wichmanni* (Val) Back ini dipercaya oleh masyarakat Indonesia dapat menyembuhkan berbagai penyakit. Tanaman ini merupakan tanaman perdu yang berasal dari Papua dan tergolong sebagai salah satu komoditi tanaman herbal (biofarmaka) yang semakin diminati oleh masyarakat Indonesia akhir-akhir ini. Menurut Badan Pusat Statistik (2012), permintaan konsumen akan tanaman ini semakin meningkat mulai tahun 2009 sampai tahun 2010. Namun, ketersediaan mahkota dewa di Indonesia cukup terbatas bila dibandingkan dengan tanaman herbal lainnya, seperti jahe, lengkuas, kencur, dan kunyit. Mengingat tanaman ini sangat cocok untuk dibudidayakan di negara beriklim tropis, seperti Indonesia, hal ini sangat disayangkan.

Berdasarkan hasil berbagai penelitian yang telah dilakukan menunjukkan bahwa mahkota dewa dapat dimanfaatkan sebagai obat diabetes, asam urat, alergi, dan liver; menyebabkan masyarakat Indonesia semakin percaya dan mengenal mahkota dewa sebagai obat herbal berkhasiat (Widowati, 2005). Potensi mahkota dewa sebagai obat-obatan ini disebabkan karena kandungan senyawa bioaktif yang dimiliki oleh mahkota dewa, seperti alkaloid, flavonoid, saponin, tanin, sterol, lignan, polifenol, terpenoid dan minyak atsiri (Harmanto, 2003; Kurniasih, 2013). Namun, menurut Menteri Kesehatan Republik Indonesia, Nafsiah Mboi, kendala utama yang dihadapi oleh industri Indonesia adalah kapasitas produksi yang masih sangat terbatas akibat keterbatasan teknologi dan rendahnya kemampuan sumber daya manusia dalam mengolah tanaman tersebut menjadi produk berkualitas. Kondisi industri yang tidak memadai ini akan menyebabkan kualitas produk yang dihasilkan tidak sesuai dengan keinginan konsumen dan kuantitas yang dihasilkan pun tidak dapat memenuhi kebutuhan pasar. Salah satu upaya yang dapat



dilakukan untuk mengatasi permasalahan ini adalah mengembangkan teknologi konvensional non-destruktif yang relatif sederhana untuk diaplikasikan dalam industri kecil dan menengah, yaitu ekstraksi padat-cair. Pada dasarnya, ekstraksi padat-cair merupakan proses pemisahan *solute* yang terperangkap di dalam matriks padatan menggunakan suatu pelarut. Mekanisme proses ekstraksi padat-cair diawali ketika pelarut kontak dengan padatan dan kemudian berdifusi eksternal dari fasa *bulk* menuju ke permukaan padatan berpori. Pelarut kemudian akan melarutkan komponen-komponen terlarut. Setelah itu, terjadi proses difusi internal di mana pelarut akan memasuki pori-pori padatan ke dalam struktur sel dan kembali melarutkan komponen terlarut. Kontak antara pelarut dan padatan sering didukung oleh gaya kapilaritas. Untuk padatan yang berpori, respon ini terjadi sangat cepat. *Solute* dapat larut dalam pelarut karena adanya gaya antaraksi di antara molekul-molekulnya, yaitu gaya dipol-dipol dimana zat yang bersifat polar-polar atau non polar-non polar akan saling berikatan. Selain itu juga terdapat gaya London yang terjadi antara dipol-dipol yang lemah sehingga memungkinkan pelarut polar melarutkan senyawa non-polar. Bersamaan dengan itu, pori-pori sel akan membesar (*swell*) sehingga meningkatkan tahanan perpindahan massa. Komponen terlarut (*solute*) yang terperangkap di dalam matriks partikel padat ini perlu didorong keluar (dalam arah yang berlawanan) dari dalam struktur sel ke pori-pori padatan, yang kemudian menuju ke permukaan padatan, di mana pada saat ini perpindahan massa konvektif terjadi lebih cepat daripada proses difusi dalam partikel. Ikatan yang terjadi antara molekul pelarut dan *solute* akan melepas energi yang mendorongnya keluar dan berdifusi menjauhi padatan. Difusi ini terjadi karena konsentrasi pelarut yang mengandung *solute* lebih besar dibandingkan konsentrasi pelarut di luar padatan yang tidak mengandung *solute*. Perpindahan massa *solute* akan terjadi hingga tercapai keadaan setimbang. (Bart dan Pilz, 2011; McCabe, *et al.*, 1993; Geankoplis, 1993).

Tumbuhan memiliki struktur biologis yang terdiri dari sel dan komponen aktif lainnya. Laju ekstraksi akan relatif lambat akibat keberadaan dinding sel pada tanaman yang menghambat laju difusi ekstraksi. Oleh karena itu diperlukan pengecilan ukuran material biologis sebelum dilakukannya proses ekstraksi atau pengeringan untuk merusak dinding sel sehingga pelarut dapat dengan leluasa berdifusi dan melarutkan *solute* dalam padatan (Treybal, 1981; Geankoplis, 1993). Tahap pengendali dari laju ekstraksi akan bergantung dari laju proses yang paling lambat sehingga di antara keduanya yang memiliki laju ekstraksi yang lebih cepat dapat diabaikan. Jika perbedaan laju ekstraksi kedua tahap hampir sama, maka laju ekstraksi ditentukan dari kedua proses tersebut (Sediawan dan Prasetya, 1997; Widodo, 2009; Treybal, 1981). Perpindahan massa dalam ekstraksi padat-cair buah mahkota dewa diturunkan berdasarkan asumsi bahwa perpindahan massa dikendalikan oleh tahap difusi eksternal (*lumped model*) menggunakan model perencanaan makroskopik dengan asumsi sistem berlangsung *batch* dengan volume konstan dan pengadukan homogen sehingga konsentrasi di dalam sistem bukan merupakan fungsi posisi dengan penurunan sebagai berikut:

$$\frac{d(Y_{\text{solute}} \cdot V)}{dt} = k_L A (Y^*_{\text{solute}} - Y_{\text{solute}}) \quad (1)$$

$$V \cdot dY_{\text{solute}} = k_L A (Y^*_{\text{solute}} - Y_{\text{solute}}) \quad (2)$$

$$\frac{dY_{\text{solute}}}{dt} = \frac{k_L A}{V} (Y^*_{\text{solute}} - Y_{\text{solute}}) \quad (3)$$

$$\frac{dY_{\text{solute}}}{dt} = k_{L\alpha} (Y^*_{\text{solute}} - Y_{\text{solute}}) \quad (4)$$

Dari hasil integrasi, diperoleh:

$$Y_{\text{solute}} = Y^*_{\text{solute}} [1 - \exp(-k_{L\alpha} t)] \quad (5)$$

$$\frac{\ln(Y^*_{\text{solute}} - Y_{\text{solute}})}{Y^*_{\text{solute}}} = -k_{L\alpha} t \quad (6)$$

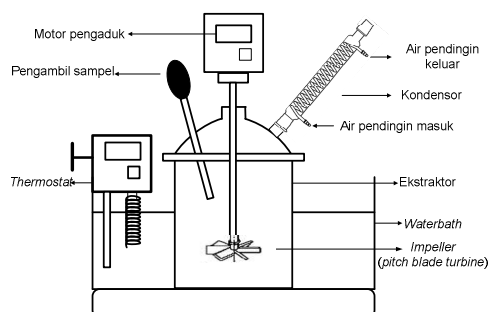
Dengan mengamati *yield* ekstrak setiap selang waktu tertentu, persamaan (6) dapat dibuat grafik hubungan antara t versus $(-\frac{\ln(Y^*_{\text{solute}} - Y_{\text{solute}})}{Y^*_{\text{solute}}})$, dari hubungan tersebut dapat diperoleh koefisien perpindahan massa ($k_{L\alpha}$).

Penelitian ini dilakukan untuk membantu industri-industri kecil dan menengah dalam mengatasi permasalahan yang terjadi, terutama peningkatan kualitas produk yang dihasilkan menggunakan teknologi pengolahan dan optimasi kondisi proses yang tepat. Oleh karena itu, penelitian ini difokuskan pada penentuan kondisi optimum dari proses ekstraksi padat-cair buah mahkota dewa dengan pengontakan secara dispersi menggunakan pelarut etanol 70%-v.

Metodologi

Penelitian ini diawali dengan persiapan bahan baku buah mahkota dewa segar yang digunakan, berupa: pencucian dan pemisahan daging buah dari bijinya; pengirisan tipis menggunakan pisau keramik untuk menghindari degradasi komponen bioaktif oleh logam; serta pengeringan di dalam *tray drier* pada temperatur 40°C hingga diperoleh kadar air 8-10%. Irisan buah mahkota dewa kering mengalami pengecilan ukuran kembali melalui proses penggungtingan untuk variasi diameter efektif partikel. Ekstraksi senyawa bioaktif pada penelitian utama dilakukan

dengan berbagai variasi rasio F:S (0,025-0,05 g/mL), temperatur (28-52°C), diameter efektif partikel (0,22-0,90 cm), dan kecepatan pengadukan (140-400 rpm) menggunakan rancangan percobaan *Response Surface – Box Behnken Design* dengan 3 *center point*. Potongan buah mahkota dewa dan pelarut etanol 70%-v sebanyak 750 mL dimasukkan ke dalam ekstraktor *batch* dengan pengontakan secara dispersi (disajikan pada Gambar 1). Kondisi ekstraksi disesuaikan dengan variasi variabel. Untuk memastikan proses ekstraksi berlangsung hingga setimbang, ekstrak di-*sampling* sebanyak 5 mL setiap 15 menit untuk 90 menit pertama, 30 menit sampai menit ke-240, dan 1 jam untuk berikutnya (total waktu adalah 8 jam). Sampel diuapkan menggunakan *hot plate* bertemperatur 45°C kemudian ditimbang dengan neraca analitik hingga massanya konstan. Setelah proses ekstraksi, ekstrak dipisahkan dari rafinat melalui filtrasi dengan corong Buchner secara bertahap, yaitu filtrasi tanpa kertas saring, filtrasi dengan kertas saring Whatman 41, lalu dengan Whatman 42. Ekstrak dipisahkan dari pelarut dengan cara yang sama seperti di atas. Ekstrak bebas pelarut atau oleoresin yang diperoleh dianalisis kadar air dan aktivitas antioksidannya.



Gambar 1. Ekstraksi *batch*

Analisis yang dilakukan meliputi analisis kadar air menggunakan *Karl Fischer* dan aktivitas antioksidan dilakukan menggunakan metode DPPH. Radikal DPPH yang berwarna ungu akan berubah menjadi warna kuning apabila ekstrak telah mendonorkan hidrogen atau elektron pada seluruh radikal bebas DPPH. Analisis aktivitas antioksidan dilakukan menggunakan ekstrak berkonsentrasi 30 ppm dan larutan DPPH-metanol p.a berkonsentrasi 0,1 mM. Rasio volume ekstrak terhadap DPPH ialah 1:1 dengan total volume sebesar 5 mL. Campuran ekstrak dan larutan DPPH dikocok dan diinkubasi pada temperatur ruang dalam keadaan gelap selama 4 jam. Selanjutnya, absorbansi larutan diukur pada panjang gelombang 517 nm dengan spektrofotometer. Blanko yang digunakan ialah methanol p.a sedangkan larutan DPPH-metanol digunakan sebagai control negatif (Molyneux, 2004; Marinova dan Batcharov, 2011). Aktivitas antioksidan dinyatakan dalam DPPH *equivalent* ($\mu\text{mol DPPH}/\text{mg crude extract kering}$), yang dihitung dengan membagi mol DPPH yang bereaksi dengan ekstrak terhadap massa ekstrak yang bereaksi.

Hasil dan Pembahasan

Hasil penelitian disajikan pada Tabel 1. *Yield* merupakan salah satu tolak ukur keberhasilan proses ekstraksi. *Yield* menyatakan massa oleoresin yang diperoleh dibandingkan dengan massa oleoresin maksimal yang mungkin diperoleh. ANOVA pengaruh temperatur, rasio F:S, ukuran partikel padatan, dan kecepatan pengadukan terhadap respon *yield* disajikan pada Tabel 2(a), menghasilkan model yang signifikan dengan *p-value* sebesar 0,0031 dengan nilai *R-squared* dan *adjusted R-squared* sebesar 0,7776 dan 0,6145 Persamaan regresi multi linear yang diperoleh untuk model ini adalah:

$$\begin{aligned} \text{Yield (g crude extract/g oleoresin total)} = & 0,880 + 0,036 (\text{F:S}) + 9,987\text{E-}03 (\text{T}) + 0,033 ((\text{F:S}) * \text{T}) + \\ & 0,036 ((\text{F:S}) * \text{rpm}) + 0,016 ((\text{F:S}) * \text{db}) - 3,659\text{E-}04 (\text{T} * \text{rpm}) - 0,036 (\text{T} * \text{db}) - 0,029 (\text{rpm} * \text{db}) - 0,083 ((\text{F:S}) * \text{T}^2) - \\ & 0,082 ((\text{F:S}) * \text{rpm}^2) + 0,047 (\text{T} * \text{rpm}^2) \end{aligned} \quad (7)$$

Pada Gambar 3 ditampilkan profil pengaruh variabel-variabel ekstraksi terhadap *yield*. Hasil penelitian menunjukkan bahwa temperatur berbanding lurus terhadap *yield* oleoresin. Semakin tinggi temperatur, maka semakin besar pula *yield* yang dihasilkan. Peningkatan temperatur dapat meningkatkan kelarutan *solute* sehingga *solute* yang awalnya tidak/kurang larut pada temperatur rendah dapat larut (menggeser kesetimbangan). Hal ini menyebabkan peningkatan massa *solute* yang dapat terekstrak, baik dari sisi jumlah maupun keanekaragaman *solute* sehingga *yield* yang diperoleh akan semakin besar. Semakin besar rasio F:S, maka *yield* oleoresin yang dihasilkan semakin menurun secara signifikan. *Yield* oleoresin mencapai nilai maksimal pada rasio umpan terhadap volume pelarut (F : S) sebesar 0,025 g/mL. Semakin kecil rasio F:S (semakin sedikit jumlah buah mahkota dewa), maka jumlah molekul pelarut yang mungkin berinteraksi dengan setiap satu molekul *solute* akan meningkat sehingga kemungkinan pelarut untuk melarutkan *solute* tersebut semakin besar dan pada akhirnya berdampak pada jumlah *solute* yang terekstrak semakin besar. Diameter kecil (0,22 cm) memberikan *yield* yang paling besar. Namun, pengaruh diameter partikel ini terhadap *yield* tidak signifikan, demikian pula dengan kecepatan pengadukan tidak memberikan pengaruh yang signifikan terhadap *yield*. *Yield* maksimal pada proses ekstraksi ini diperoleh pada 270

rpm. Pada umumnya, turbulensi dalam larutan akan meningkat dengan adanya kenaikan kecepatan pengadukan. Dengan adanya pengadukan, dapat meningkatkan difusi *eddy* sehingga meningkatkan turbulensi yang semakin meningkat sehingga menyebabkan tumbukan antar molekul semakin intens. Hal ini menyebabkan *solute* yang dapat terekstrak semakin banyak dan meningkatkan *yield*. Namun, pengaruh kecepatan pengadukan terhadap respon *yield* tidak signifikan berdasarkan ANOVA.

Tabel 1. Hasil Penelitian Penentuan Kondisi Optimum Proses Ekstraksi

Run	Faktor 1	Faktor 2	Faktor 3	Faktor 4	Respon 1	Respon 2	Respon 3
	F : S (g/mL)	T (°C)	N (rpm)	dp (cm)	Yield (g crude extract kering/ g crude extract total)	DPPH equivalent (µmol DPPH/ mg crude extract kering)	Koefisien Perpindahan Massa (k _{La})
1	0,0375	40	140	0,8978	0,9362	3,6843	0,0171
2	0,0375	52	270	0,8978	0,8966	3,2056	0,0143
3	0,0500	52	270	0,5611	0,8733	3,3736	0,0124
4	0,0500	28	270	0,5611	0,7932	3,0923	0,0136
5	0,0375	40	140	0,2245	0,8789	3,3958	0,0141
6	0,0250	52	270	0,5611	0,8995	3,4170	0,0145
7	0,0375	52	140	0,5611	0,9088	3,2425	0,0163
8	0,0500	40	140	0,5611	0,7797	3,7406	0,0125
9	0,0500	40	270	0,8978	0,9064	3,4892	0,0178
10	0,0375	28	270	0,8978	0,9429	3,4309	0,0236
11	0,0375	40	270	0,5611	0,8690	3,5171	0,0147
12	0,0375	40	270	0,5611	0,9317	3,3384	0,0126
13	0,0250	40	400	0,5611	0,8956	3,5475	0,0129
14	0,0375	40	400	0,8978	0,8609	3,3853	0,0149
15	0,0250	28	270	0,5611	0,9513	3,4856	0,0132
16	0,0250	40	270	0,8978	0,8022	3,2878	0,0139
17	0,0250	40	140	0,5611	0,9432	3,4247	0,0186
18	0,0375	40	400	0,2245	0,9210	3,2774	0,0132
19	0,0375	52	400	0,5611	0,8991	3,3042	0,0113
20	0,0375	28	140	0,5611	0,7937	3,3699	0,0150
21	0,0500	40	270	0,2245	0,9238	3,4277	0,0140
22	0,0375	28	400	0,5611	0,7856	3,6902	0,0190
23	0,0375	28	270	0,2245	0,8434	3,4747	0,0158
24	0,0375	40	270	0,5611	0,8969	3,4626	0,0124
25	0,0500	40	400	0,5611	0,8767	3,6646	0,0109
26	0,0375	52	270	0,2245	0,9414	3,5482	0,0130
27	0,0250	40	270	0,2245	0,8820	3,6054	0,0141

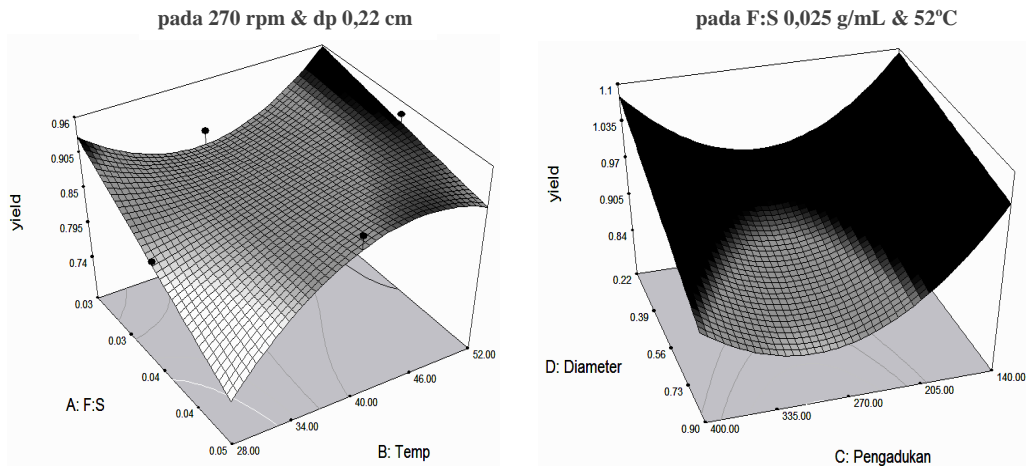
Tabel 2. ANOVA pengaruh rasio F : S, temperatur, diameter partikel padatan, dan kecepatan pengadukan terhadap (a) *yield crude extract* dan (b) nilai k_{La}

Sumber Perlakuan	Sum of Squares	df	Mean Square	F value	p-value
F : S (g/mL)	5.32E-03	1	5.32E-03	5,06	0,0400
Temperatur (°C)	7.98E-04	1	7.98E-04	0,76	0,3977
F : S – Temperatur	4.35E-03	1	4.35E-03	4,13	0,0602
F : S – Pengadukan	5.22E-03	1	5.22E-03	4,96	0,0417
F : S – Diameter	9.72E-04	1	9.72E-04	0,92	0,3519
Temperatur – Pengadukan	5.36E-07	1	5.36E-07	5,09E-04	0,9823
Temperatur – Diameter	5.21E-03	1	5.21E-03	4,94	0,0420
Pengadukan – Diameter	3.45E-03	1	3.45E-03	3,28	0,0902
F : S – Temperatur ²	0,014	1	0,014	12,95	0,0026
F : S – Pengadukan ²	0,013	1	0,013	12,80	0,0028
Temperatur – Pengadukan ²	5.93E-03	1	5.93E-03	5,64	0,0314
Error	0,016	15	1,05E-03		
Total	0,071	26			

(a)

Sumber Perlakuan	Sum of Squares	df	Mean Square	F value	p-value
F : S (g/mL)	5.51E-07	1	5.51E-07	0,19	0,6665
Temperatur (°C)	4.28E-05	1	4.28E-05	14,96	0,0014
Pengadukan	1.08E-05	1	1.08E-05	3,79	0,0694
Diameter	2.52E-05	1	2.52E-05	8,82	0,0090
Temperatur – Pengadukan	2.03E-05	1	2.03E-05	7,08	0,0171
Temperatur – Diameter	1.06E-05	1	1.06E-05	3,69	0,0726
(F : S) ²	4.69E-06	1	4.69E-06	1,64	0,2184
Diameter ²	1.11E-05	1	1.11E-05	3,89	0,0660
(F : S) ² - Temperatur	1.46E-05	1	1.46E-05	5,10	0,0383
F : S – Pengadukan ²	1.40E-05	1	1.40E-05	4,88	0,0421
Error	4.57E-05	16	2.86E-06		
Total	1.92E-04	26			

(b)

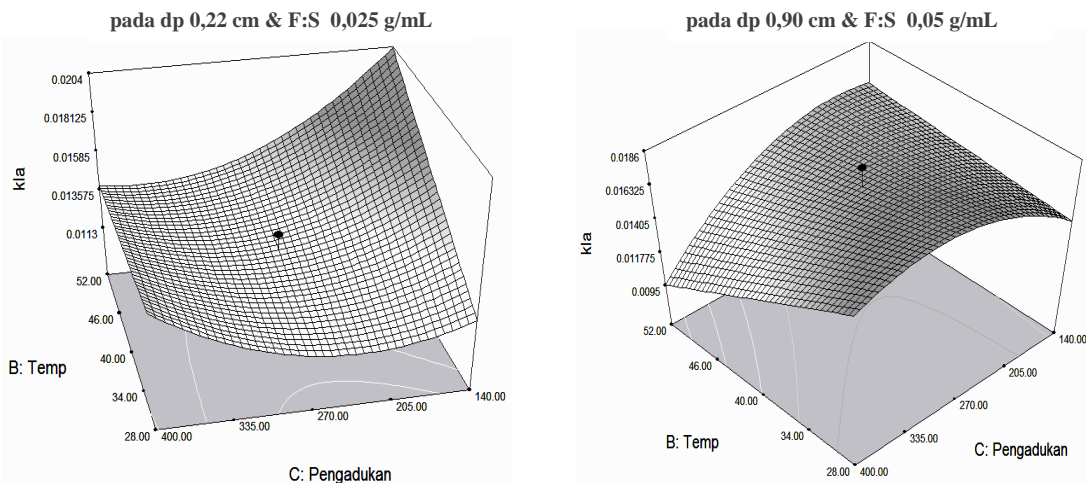


Gambar 3. Profil pengaruh interaksi terhadap *yield crude extract*

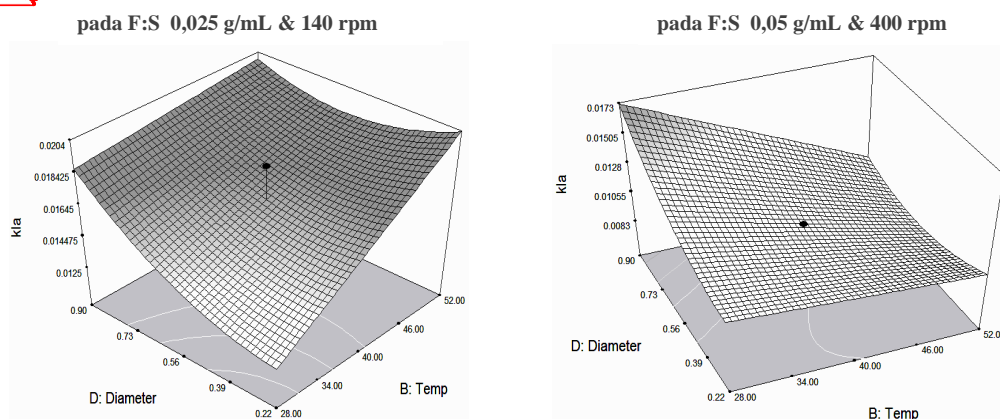
Koefisien perpindahan massa (k_{La}) merupakan koefisien laju difusi yang berkaitan dengan perbedaan konsentrasi yang menjadi *driving force* dari proses ekstraksi. ANOVA pengaruh temperatur, rasio F:S, ukuran partikel padatan, dan kecepatan pengadukan terhadap respon k_{La} disajikan pada Tabel 2(b), menghasilkan model yang signifikan dengan *p-value* sebesar 0,0020 dengan nilai *R-squared* dan *adjusted R-squared* sebesar 0,7616 dan 0,6125. Persamaan regresi yang diperoleh untuk model ini adalah:

$$k_{La} \text{ (s}^{-1}\text{)} = 0,014 + 2,625E-04 \text{ (F:S)} - 2,312E-03 \text{ (T)} - 9,500E-004 \text{ (rpm)} + 1,450E-03 \text{ (db)} - 2,250E-03 \text{ (T*rpm)} - 1,625E-03 \text{ (T*db)} - 8,563E-04 \text{ ((F:S)}^2\text{)} + 1,319E-03 \text{ (db}^2\text{)} + 2,338E-03 \text{ ((F:S)}^2\text{*T)} - 2,288E-03 \text{ ((F:S)*rpm}^2\text{)} \quad (8)$$

Rasio F:S yang kecil (semakin sedikit jumlah buah mahkota dewa) seharusnya akan meningkatkan *driving force* perpindahan massa, yaitu gradien konsentrasi *solute* pada fasa padat dan fasa *bulk* (karena efek pengenceran) sehingga meningkatkan laju difusi. Berdasarkan persamaan model yang diperoleh pada pers. (8) dan Tabel 2(b) terlihat bahwa rasio F:S pada rentang yang dilakukan (0,025 – 0,05 g/mL) tidak mempengaruhi k_{La} karena pengaruh F:S tidak cukup besar untuk mengimbangi efek temperatur dan diameter partikel. Untuk memperjelas pengaruh temperatur terhadap k_{La} disajikan profil pengaruh interaksi temperatur dan kecepatan pengadukan terhadap k_{La} pada Gambar 4. Peningkatan temperatur akan meningkatkan nilai k_{La} pada kondisi rasio F:S level rendah dan tinggi (0,025 dan 0,05 g/mL), diameter partikel rendah (0,22 cm) dan pengadukan rendah (140 rpm). Pada temperatur yang tinggi, viskositas dan densitas akan mengalami penurunan sehingga menyebabkan tahanan perpindahan massa secara konvektif berkurang dan nilai k_{La} yang semakin besar. Pada temperatur tinggi (52°C) untuk semua level rasio F:S (0,025 – 0,05 g/mL) dan semua level diameter partikel (0,22 – 0,90 cm), k_{La} mengalami penurunan saat kecepatan pengadukan dinaikkan. Hal ini dapat disebabkan karena adanya interaksi antara temperatur dan kecepatan pengadukan dimana saat temperatur tinggi yang didukung dengan peningkatan kecepatan pengadukan menyebabkan efek negatif polimerisasi komponen berikatan rangkap yang terkandung di dalam buah mahkota dewa (*quinone* menjadi melanin) menguat (Dai dan Mumper, 2010) dan didukung dengan turbulensi yang semakin meningkat sehingga menyebabkan tumbukan antar molekul semakin intens dan pembentukan polimer pun semakin banyak. Pembentukan polimer ini dapat menutupi sebagian pori dan permukaan luar matriks padatan yang pada akhirnya berdampak pada peningkatan tahanan difusi masa, baik internal maupun eksternal sehingga menurunkan nilai k_{La} .



Gambar 4. Profil pengaruh interaksi temperatur dan kecepatan pengadukan terhadap k_{La}



Gambar 5. Profil pengaruh interaksi temperatur dan diameter partikel terhadap k_{La}

Dapat dilihat pada Gambar 5, pada semua rasio F:S (0,025 – 0,05 g/mL) untuk semua kecepatan pengadukan (140 – 400 rpm) dan temperatur rendah (28°C) akan menyebabkan peningkatan k_{La} saat diameter partikel dinaikkan. Semakin kecil diameter partikel padatan, maka semakin besar luas kontak antara pelarut dan padatan sehingga laju perpindahan massa *solute* akan semakin cepat. Diameter partikel yang kecil akan menurunkan jarak lintasan difusi massa internal sehingga tahanan difusi internal mengalami penurunan. Hal ini menyebabkan laju ekstraksi menjadi meningkat (k_{La} meningkat).

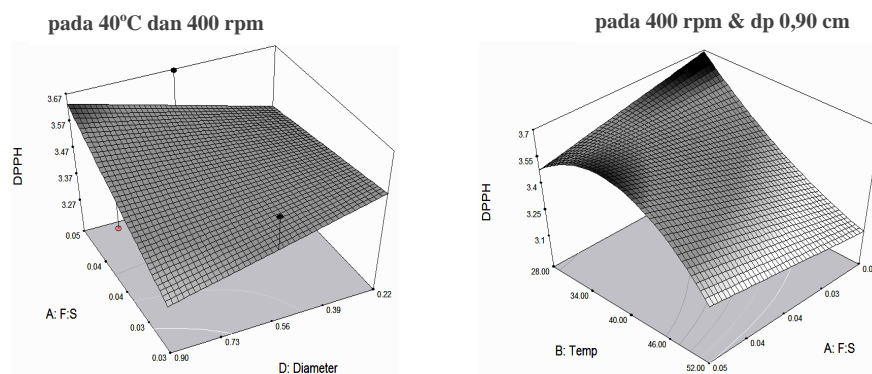
Aktivitas antioksidan menunjukkan kemampuan senyawa bioaktif dalam menangkal atau meredam dampak negatif dari radikal bebas dengan cara menghambat proses oksidasi. Peranan antioksidan sangat penting dalam menetralkan dan menghancurkan radikal bebas. Antioksidan bekerja dengan cara mendonorkan satu elektronnya kepada senyawa radikal bebas sehingga aktivitasnya dapat dihambat (Shahidi, 1997). ANOVA pengaruh temperatur, rasio F:S, ukuran partikel padatan, dan kecepatan pengadukan terhadap respon DPPH *equivalent* disajikan pada Tabel 3, menghasilkan model yang signifikan dengan *p-value* sebesar 0,0455 dan nilai *R-squared* dan *adjusted R-squared* sebesar 0,5754 dan 0,3506. Persamaan regresi yang diperoleh untuk model ini adalah:

$$\text{DPPH equivalent } (\mu\text{mol DPPH/mg crude extract kering}) = 3,480 + 0,057 (F:S) + 0,087 ((F:S)*T) + 0,095 ((F:S)*db) - 0,075 (T*db) - 0,097 (T^2) - 0,17 ((F:S)*T^2) + 0,095 ((T^2)*rpm) - 0,097 ((T^2)*db) - 0,13 (T*rpm^2) \quad (9)$$

Tabel 3. ANOVA Pengaruh Variabel Ekstraksi terhadap DPPH *Equivalent*

Sumber Perlakuan	Sum of Squares	df	Mean Square	F value	p-value
F : S (g/mL)	0,026	1	0,026	1,65	0,2168
F : S – Temperatur	0,031	1	0,031	1,93	0,1825
F : S – Diameter	0,036	1	0,036	2,27	0,1504
Temperatur – Diameter	0,022	1	0,022	1,41	0,2516
Temperatur ²	0,063	1	0,063	3,96	0,0630
F : S – Temperatur ²	0,074	1	0,074	4,65	0,0456
Temperatur ² – Pengadukan	0,036	1	0,036	2,30	0,1476
Temperatur ² – Diameter	0,037	1	0,037	2,36	0,1432
Temperatur – Pengadukan ²	0,066	1	0,066	4,16	0,0573
Error	0,27	17	0,016		
Total	0,63	26			

Berdasarkan data ANOVA dan profil pengaruh interaksi variabel ekstraksi terhadap DPPH *equivalent* yang disajikan pada Gambar 6, rasio F:S tidak memberikan pengaruh yang signifikan terhadap respon DPPH *equivalent*. Aktivitas antioksidan mencapai kondisi maksimal pada temperatur 40°C. Temperatur ekstraksi yang semakin tinggi akan meningkatkan kelarutan *solute* sehingga kandungan senyawa antioksidan semakin tinggi dan variatif (Radojkovic, *et al*, 2012). Ekstraksi pada temperatur 52°C belum menyebabkan senyawa bioaktif terdegradasi secara signifikan, hanya menghasilkan senyawa antioksidan sedikit lebih rendah dibandingkan dengan temperatur 40°C. Rasio F:S yang semakin rendah hanya akan meningkatkan *yield*, namun komposisi ekstraknya akan tetap sama. Bila ditinjau dari pengaruh diameter partikel padatan, hasil penelitian menunjukkan adanya peningkatan dan penurunan aktivitas antioksidan seiring dengan kenaikan diameter partikel, namun pengaruhnya tidak signifikan; demikian pula halnya dengan kecepatan pengadukan. Hasil optimasi yang diperoleh dari *Design Expert* menunjukkan bahwa kondisi ekstraksi yang menghasilkan respon *yield*, k_{La} , dan aktivitas antioksidan (DPPH *equivalent*) yang maksimal pada rasio F :S sebesar 0,03 g/mL; temperatur sebesar 28°C; kecepatan pengadukan sebesar 399,74 rpm; dan diameter partikel sebesar 0,76 cm dengan *yield* sebesar 94,56%, DPPH *equivalent* sebesar 3,7364 $\mu\text{mol DPPH/mg crude extract kering}$ dan k_{La} sebesar 0,0192 s^{-1} .



Gambar 6. Profil pengaruh interaksi variabel ekstraksi terhadap aktivitas antioksidan

Kesimpulan

Penelitian ini menghasilkan *yield* sebesar 0,7797 – 0,9513 g *crude extract*/g *crude extract* total (basis kering) dengan aktivitas antioksidan dalam DPPH *equivalent* sebesar 3,0923 – 3,7406 $\mu\text{mol DPPH}/\text{mg}$ *crude extract* kering dan nilai k_{La} sebesar 0,0109 – 0,0236 s^{-1} . Rasio F:S yang semakin rendah akan meningkatkan *yield* secara signifikan. Namun, rasio F:S tidak memberikan pengaruh signifikan terhadap aktivitas antioksidan dan respon k_{La} berdasarkan ANOVA. Temperatur yang semakin tinggi akan meningkatkan *yield* secara signifikan. Namun, pengaruh temperatur tidak memberikan pengaruh signifikan terhadap respon aktivitas antioksidan. Untuk respon k_{La} , terdapat interaksi antara temperatur dan kecepatan pengadukan, serta interaksi antara temperatur dan diameter partikel. Kecepatan pengadukan dan diameter partikel tidak memberikan pengaruh signifikan terhadap respon *yield* dan aktivitas antioksidan. Kondisi optimum ekstraksi tercapai pada rasio F :S sebesar 0,03 g/mL; temperatur sebesar 28°C; kecepatan pengadukan sebesar 399,74 rpm; dan diameter partikel sebesar 0,76 cm, dimana diperoleh *yield* sebesar 94,56%, DPPH *equivalent* bernilai 3,7364 $\mu\text{mol DPPH}/\text{mg}$ *crude extract* kering, dan k_{La} sebesar 0,0192 s^{-1} .

Ucapan Terimakasih

Terimakasih kepada Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi (Dikti) yang telah mendanai penelitian ini melalui proyek penelitian unggulan Ekstraksi, Isolasi, dan Uji Keaktifan Senyawa Aktif Buah Mahkota Dewa (*Phaleria macrocarpa*) sebagai Pengawet Makanan Alami berdasarkan kontrak No. 1102/K4/KM/2014 sehingga penelitian ini dapat terlaksana.

Daftar Notasi

Y^*_{solute} = *yield solute* (oleoresin) pada saat setimbang [g produk oleoresin/g oleoresin maksimal umpan]

Y_{solute} = *yield solute* (oleoresin) di fasa *bulk* pelarut [g produk oleoresin/g oleoresin maksimal umpan]

k_{La} = koefisien perpindahan massa volumetrik [s^{-1}]

Daftar Pustaka

- Bart, H.J. dan Pilz, S., 2011, *Industrial Scale Natural Products Extraction*, Wiley-VCH Verlag & Co., Germany.
- Dai dan Mumper, 2010, *Plant Phenolics: Extraction, Analysis and Their Antioxidant and Anticancer Properties*, *Molecules*, 15, pp. 7313-7352
- Dyah, N. dan Firman, 2008, *Mahkota Dewa dan Manfaatnya*, Ganeca, Bekasi.
- Geankoplis, C.J., 1993, *Transport Processes and Unit Operations*, Prentice-Hall International, Inc., New Jersey.
- Handa, et al, 2008, *Extraction Technologies for Medicinal and Aromatic Plants*, ICS-UNIDO, Trieste.
- Harmanto, N., 2003, *Conquering Disease in Unison with Mahkota Dewa Phaleria macrocarpa*, PT Mahkotadewa Indonesia, pp. 14.
- Kurniasih, 2013, *Budidaya Mahkota Dewa dan Rosella*, Pustaka Baru Press, Yogyakarta.
- McCabe, W.L., et al, 1993, *Unit Operations of Chemical Engineering*, 5th ed., Mc Graw Hill, New York.
- Molyneux, P., 2004, The Use of The Stable Free Radical Diphenylpicryl-hydrazyl (DPPH) for Estimating Antioxidant Activity, *Songklanakarinn J. Sci. Technol.*, 26 (2), 211-219.
- Sediawan, W.B. dan Prasetya, A., 1997, *Pemodelan Matematis dan Penyelesaian Numeris dalam Teknik Kimia dengan Pemrograman Bahasa Basic dan Fortran*, edisi 1, Andi Offset, Yogyakarta.
- Shahidi, F., 1997, *Natural Antioxidant : Chemistry, Health Effects, and Applications*, American Oil Chemists Society Press, USA.
- Treybal, R.E., 1981, *Mass-Transfer Operations*, McGraw-Hill, Inc., Singapore.
- Widodo, L.U., 2009, Koefisien Perpindahan Massa Natrium Benzoat dengan Air dalam Kolom Isian, *Jurnal Teknik Kimia*, 3(2).
- Widowati, L., 2005, Kajian Hasil Penelitian Mahkota Dewa, *Jurnal Bahan Alam Indonesia*, 4 (1), pp. 223-227.



Lembar Tanya Jawab

Moderator : Eny Kusriani (Universitas Indonesia)

Notulen : Sri Wahyuni SR (UPN "Veteran" Yogyakarta)

1. Penanya : Siti Zullaikah (Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya)
- Pertanyaan :
 - Ekstrak Mahkota Dewa, apa saja yang ada?
 - Bagaimana selektivitas solventnya?
 - **Saran:** Sebenarnya Bioetanol lebih/paling bagus (untuk menyeleksi saponin aktif yang potensial)
- Jawaban :
 - Terpenoid, tannin, alkaloid, minyak atsiri, flavonoid. Flavonoid merupakan senyawa antioksidan yang paling banyak terdapat di dalam buah mahkota dewa.
 - Hanya didasarkan pada optimasi proses, belum selektivitas. Target komponen yang dipilih belum ada.
- Penanya : Eny Kusriani (Universitas Indonesia Jakarta)
- Pertanyaan : Mengapa rasio F:S yang semakin rendah dapat meningkatkan yield ?
- Jawaban : Semakin kecil rasio F:S (semakin sedikit jumlah buah mahkota dewa), maka jumlah molekul pelarut yang mungkin berinteraksi dengan setiap satu molekul solut akan meningkat sehingga kemungkinan pelarut untuk melarutkan solut tersebut semakin besar dan pada akhirnya berdampak pada jumlah solut yang terekstrak semakin besar.

