

## PENENTUAN WAKTU KADALUWARSA DAN MODEL SORPSI ISOTERMIS BIJI DAN BUBUK LADA HITAM (*Piper nigrum* L.)

[Shelf Life Prediction and Isotherm Sorption Model of Dried Grain  
and Powdered Black Pepper (*Piper nigrum* L.) ]

Winiati. P. Rahayu <sup>1)</sup>, M. Arpah<sup>1)</sup> dan Erika Diah <sup>2)</sup>

<sup>1)</sup>Departemen Ilmu dan Teknologi Pangan, Fateta-IPB

<sup>2)</sup>Alumni Jurusan Teknologi Pangan dan Gizi, Fateta-IPB

Diterima 1 Februari 2005 /Disetujui 8 Juli 2005

### ABSTRACT

*Black pepper is one of the most popular spice traded around the globe, either in dried grain form or in bulky powder. However, for retailing purpose both are usually packaged in plastic film. This research was conducted to predict the shelf life of packaged black pepper (both dried grain and powder) by applying isotherm sorption and Labuza models. Initial moisture content of dried grain was 12.17 % d.b and for the powder was 10.27 % d.b. The shelf life of black pepper calculated for the dried grain was longer than the powder. When stored at 90 % RH, the dried grain black pepper packaged in HDPE demonstrated the longest shelf life which was equal to 2187 days and for the powder equal to 2037 days. The volatile oil loss for dried grain black pepper after 30 days of preservation was 1.36 % and for the powder was 40.82 %.*

*Key words:* Black pepper, shelf life, plastic film.

### PENDAHULUAN

Lada sudah sejak dulu dikenal oleh masyarakat di seluruh penjuru dunia. Pada mulanya lada dikenal sebagai obat dan bumbu untuk meningkatkan cita rasa masakan. Bagi Indonesia lada telah menjadi komoditas ekspor penyumbang devisa. Selain diperdagangkan secara utuh dalam bentuk biji, lada juga dijual dalam bentuk bubuk. Salah satu upaya untuk memenuhi persyaratan mutu dalam rangka menjaga mutu dan melindungi keamanan konsumen ialah dengan memberikan informasi mengenai umur simpan produk tersebut.

Pendugaan umur simpan pangan dapat diterapkan dengan dua metode yaitu *Extended Storage Studies* (ESS) dan *Accelerated Storage Studies* (ASS). ESS adalah penentuan tanggal kadaluwarsa dengan cara menyimpan suatu seri produk pada kondisi normal sehari-hari sambil dilakukan pengamatan terhadap penurunan mutunya hingga mencapai mutu kadaluwarsa. Metode ini sangat akurat dan tepat, namun pelaksanaannya memerlukan waktu yang panjang dan analisa karakteristik mutu yang dilakukan relatif banyak. Sedangkan pada ASS menggunakan suatu kondisi yang dapat mempercepat (*accelerated*) reaksi penurunan mutu produk. Keuntungan metode ini adalah memertukan waktu yang relatif singkat, namun tetap memiliki ketepatan dan akurasi yang tinggi. ASS diterapkan pada produk pangan dengan memvariasikan kondisi RH (kelembaban relatif

lingkungan), suhu atau intensitas cahaya, baik secara sendiri-sendiri maupun gabungannya (Floros, 1993)

Penelitian ini bertujuan untuk memperkirakan umur simpan (*shelf life*) dari biji dan bubuk lada hitam yang dikemas dalam kemasan LDPE (Low Density Polyethylene), HDPE (High Density Polyethylene), MDPE (Medium Density Polyethylene), dan PP (Polypropylene) menggunakan metode akselerasi kondisi RH berdasarkan pendekatan kadar air kritis dengan bantuan model-model persamaan sorpsi isotermis.

### METODOLOGI

#### Bahan dan alat

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah biji dan bubuk lada hitam komersial, bubuk lada mempunyai kisaran ukuran partikel 30 – 60 mesh sedangkan biji lada berdiameter sekitar 15 – 3 mm, kemasan film plastik, larutan garam jenuh NaOH, MgCl<sub>2</sub>, K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, KI, NaCl, KCl, BaCl<sub>2</sub>, dan K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> yang digunakan dalam penentuan kurva sorpsi isotermis; toluena; dan aquades. Semua bahan kimia yang digunakan memiliki *grade pro analysis* (p.a.) dan diperoleh dari *supplier* bahan kimia berlisensi di Bogor.

Alat-alat yang digunakan antara lain *humidity chamber*, alat destilasi, labu *bidwell -sterling*, timbangan analitik, aluminium foil, *waterbath*, desikator, grinder, dan peralatan gelas

**Metode**

**Persiapan bahan**

Dalam penelitian ini sampel berupa lada hitam dalam bentuk biji dan bubuk diletakkan dalam cawan dengan 5 gram setiap cawan.

**Preparasi larutan garam jenuh**

Dalam preparasi larutan garam jenuh digunakan 8 jenis garam. Garam yang telah ditimbang dengan berat tertentu dimasukkan ke dalam *sorption container* berupa stoples dengan tutup karet vakum kemudian ditambahkan sejumlah air. Jenis garam, jumlah garam, dan air yang digunakan untuk menentukan Aw dapat dilihat pada Tabel 1. Setelah diaduk, *sorption container* kemudian ditutup dan dibiarkan selama 24 jam pada kondisi 30°C (Spiess dan Wolf, 1987).

Tabel 1. Jenis dan jumlah garam serta jumlah air yang digunakan untuk menentukan Aw

No.	Jenis garam	Kuantitas		Aw
		Garam(gram)	Air(ml)	
1	NaOH	150	85	0.06
2	MgCl <sub>2</sub>	200	25	0.32
3	K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	200	90	0.44
4	KI	200	50	0.69
5	NaCl	200	60	0.75
6	KCl	200	80	0.84
7	BaCl <sub>2</sub>	200	70	0.96
8	K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	200	50	0.97

Sumber: Spiess dan Wolf (1987).

**Perlakuan**

Sampel lada hitam dalam bentuk biji dan bubuk yang telah ditempatkan dalam cawan tersebut disimpan dalam *sorption container* yang berisi larutan garam jenuh (Tabel 1.). Setiap *sorption container* berisi 2 cawan. Kemudian diukur kadar airnya pada saat awal, keadaan setimbang, dan keadaan kritis. Kadar air awal diukur sebelum sampel disimpan dan dilakukan sebanyak 5 kali ulangan. Sampel yang disimpan dalam *sorption container* ditimbang setiap hari sampai bobotnya konstan. Ketika bobot sampel telah konstan diukur kadar airnya (kadar air kesetimbangan). Sedangkan pengukuran kadar air kritis dilakukan pada sampel yang disimpan pada RH 97 % dan suhu 30°C. penentuan kadar air kritis adalah saat sampel telah mengalami gejala kerusakan pangan. Dalam hal ini bubuk mulai menggumpal dan biji mulai berjamur.

Analisa juga dilakukan terhadap kadar minyak atsiri sampel setiap 10 hari selama 30 hari. Sampel yang dianalisa berupa biji dan bubuk lada hitam yang disimpan di tempat terbuka pada suhu kamar (30°C). Analisa ini

dilakukan untuk mengetahui seberapa besar perbedaan perubahan minyak atsiri selama penyimpanan pada biji dan bubuk lada hitam.

**Analisis**

**Pengukuran kadar air dengan metode destilasi azeotropik**

Lada hitam merupakan salah satu jenis rempah-rempah yang mengandung komponen volatile sehingga jika pengukuran kadar air dilakukan dengan metode oven komponen volatile akan ikut menguap dan kadar air yang terukur akan menjadi lebih besar dari yang seharusnya, oleh karena itu kadar air lada hitam ditentukan dengan metoda destilasi azeotropik.

Sampel ditimbang sebanyak 5 gram, kemudian dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer dan ditambah dengan 60 ml toluena. Labu erlenmeyer yang telah dihubungkan dengan labu *bidwell-sterling* dipanaskan dengan panas rendah (skala 4) selama 45 menit, kemudian dilanjutkan dengan suhu tinggi (skala 7) selama 1.5-2 jam. Volume air pada labu *bidwell-sterling* dapat dihitung dari skala yang tertera. Melalui cara yang sama dengan mengganti sampel dengan 3 gram air, persen kadar air dikoreksi. Persen kadar air dapat dihitung dengan rumus di bawah ini (AOAC, 1995) :

$$KA(\%) = \frac{V}{(W - V)} * FK * 100\%$$

Keterangan :

V = volume air yang terdistilasi dari sampel (ml)

W = berat sampel (gram)

FK = factor koreksi (berat air/volume air terdistilasi, g/ml).

**Uji organoleptik**

Uji organoleptik dilakukan untuk menentukan kondisi kritis sampel. Uji ini berupa uji perbandingan jamak dengan parameter yang dibandingkan adalah penampakan/penggumpalan bubuk lada hitam. Panelis yang digunakan adalah 20 orang panelis semi terlatih (dimodifikasi dari Rahayu, 1998).

Jika sampel bubuk lada hitam sudah tidak diterima lagi oleh panelis karena penampakannya sudah menggumpal, maka dikatakan bahwa bubuk lada hitam telah mencapai kadar air kritisnya. Sampel bubuk lada hitam dikatakan sudah menggumpal apabila ± 50 % dari sampel telah mengalami penggumpalan.

Kriteria kritis dari biji lada hitam yaitu mulai tumbuhnya kapang yang dapat dilihat secara visual. Kemudian dihitung banyaknya biji yang berkapang. Biji dikatakan berkapang bila ± 5% sampel telah ditumbuhi kapang.

**Penentuan kadar minyak atsiri rempah-rempah**

Peralatan yang digunakan adalah perangkap minyak atsiri tipe *clavenger* 1 untuk minyak dengan berat jenis mendekati atau lebih kecil dari berat jenis air dengan penghubung keran standar, alat distilasi, dan botol berdasar bulat berukuran 1 liter yang dilengkapi *magnetic stirrer* (AOAC 1995).

Sampel rempah-rempah digiling halus menggunakan grinder. Sampel ditimbang secukupnya untuk menghasilkan minyak atsiri sebanyak 2-4 ml. Sampel dipindahkan ke dalam botol berukuran 1 liter dan ditambahkan aquades sebanyak 500 ml. Dimasukkan juga batang *stirrer* dan botol ditempatkan dalam mantel pemanas.

Peralatan diatur sehingga kondensat tidak jatuh langsung ke atas permukaan cairan di dalam perangkap, tetapi jatuh melalui bagian sisinya. Distilasi dilakukan sampai dua pembacaan berturut-turut selama interval 1 jam tidak menunjukkan perbedaan kadar minyak atsirinya (lebih dari 6 jam). Minyak atsiri didinginkan dan dibaca volume minyak yang terkumpul. Kadar minyak atsiri dinyatakan dengan rumus berikut :

$$KMA (\%) = \frac{V}{M} * 100 \%$$

Keterangan :

- KMA = Kadar minyak atsiri
- V = Volume minyak atsiri (ml)
- M = berat rempah-rempah (gram).

**Analisis data**

**Kurva sorpsi isothermis**

Kurva sorpsi isothermis dibuat dengan cara memplotkan kadar air kesetimbangan sebagai ordinat terhadap aktivitas air (*Aw*) sebagai absis, pada suhu konstan (Syarif dan Halid, 1993; Wijaya dan Ferry, 1998).

**Modifikasi model sorpsi isothermis yang digunakan**

Guna memudahkan perhitungan maka model-model persamaan matematis yang digunakan dimodifikasi bentuknya dari persamaan non-linear menjadi persamaan linear, bentuk linear tersebut adalah sebagai berikut (Tabel 2):

**Uji ketepatan model**

Untuk menguji ketepatan suatu persamaan sorpsi isothermis digunakan *Mean Relative Determination* (MRD)

$$MRD = \frac{100}{n} \sum_{i=1}^n \left| \frac{Mi - Mpi}{Mi} \right|$$

dimana *Mi* adalah kadar air hasil percobaan, *Mpi* adalah kadar air hasil perhitungan, dan *n* adalah % jumlah data.

Tabel 2. Linearisasi persamaan sorpsi isothermis

Model	Bentuk Umum	
	Bentuk linear	Linearisasi (Y = a X + b)
Hasley <sup>a)</sup>	Log (ln(1/ <i>Aw</i> ) = log P(1)-P(2)Log Me	Y=Log(ln(1/ <i>Aw</i> ) X= Log Me a= log P(1) b= -P(2)
Chen-Clayton <sup>b)</sup>	Ln(ln(1/ <i>Aw</i> ) = ln P(1)-P(2) Me	Y= Ln(ln(1/ <i>Aw</i> ) X= Me a= ln P(1) b= -P(2)
Henderson <sup>c)</sup>	Log (ln(1/(1- <i>Aw</i> ) = Log K + n Log Me	Y= Log (ln(1/(1- <i>Aw</i> ) X= Log Me a= Log K b= n
Caurie <sup>b)</sup>	Ln Me = Ln P(1) - P2 <i>Aw</i>	Y= Ln Me X= <i>Aw</i> a= Ln P(1) b= -P2
Oswin <sup>c)</sup>	Ln Me = Ln P(1) + P2Ln( <i>Aw</i> /(1- <i>Aw</i> ))	Y= Ln Me X= Ln( <i>Aw</i> /(1- <i>Aw</i> ) a= Ln P(1) b= P2

<sup>a)</sup>: Isse et. al (1983).

<sup>b)</sup>: Lamauro (1984).

<sup>c)</sup>: Chirife dan Iglesias (1978).

Jika nilai MRD < 5 maka model sorpsi isothermis itu dapat menggambarkan keadaan yang sebenarnya atau sangat tepat, jika 5 < MRD < 10 maka model tersebut agak tepat, dan jika MRD > 10 maka model tersebut tidak tepat untuk menggambarkan keadaan yang sebenarnya (Isse et al, 1983).

**Waktu kadaluwarsa**

Data-data yang diperlukan untuk menentukan waktu kadaluwarsa seperti yang telah dijelaskan diatas kemudian disubstitusikan ke dalam persamaan Labuza (1982):

$$t_{kadw} = \frac{\ln \left[ \frac{m_c - m_b}{m_{tc} - m_c} \right]}{\frac{k}{x} \frac{A}{W_s} \frac{P_o}{b}}$$

Keterangan :

- t<sub>kadw</sub>* = waktu kadaluwarsa (hari)
- m<sub>b</sub>* = kadar air kesetimbangan (%bk)
- m<sub>c</sub>* = kadar air awal (%bk)
- m<sub>tc</sub>* = kadar air kritis
- W<sub>s</sub>* = berat kering bahan (g)
- A* = luas permukaan kemasan (m<sup>2</sup>)
- k/x* = permeabilitas uap air kemasan (g/m<sup>2</sup>.hari.mmHg)
- P<sub>o</sub>* = tekanan uap jenuh (mmHg)
- b* = slope kurva sorpsi isothermis

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

**Kadar air awal, kadar air kritis dan kadar air kesetimbangan**

Kadar air awal biji lada hitam lebih tinggi jika dibandingkan dengan bubuk lada hitam. Kadar air biji lada hitam yaitu 12.17 %bk sedangkan bubuk lada hitam kadar airnya 10.27 %bk. Kadar air bubuk lada hitam lebih kecil karena telah mengalami proses pengeringan lebih lanjut selama pengolahan dari biji menjadi bubuk.

Transfer uap air dari lingkungan ke sampel atau sebaliknya akan terjadi selama penyimpanan tertentu sampai tercapai kondisi kesetimbangan. Interaksi molekul air dengan sampel ini terjadi sebagai akibat dari perbedaan RH sampel dengan lingkungan. Tercapainya kondisi kesetimbangan antara sampel dengan lingkungan berbagai RH ditandai dengan hasil penimbangan yang konstan. Waktu tercapainya kadar air kesetimbangan ini berbeda-beda pada tiap RH dan berkisar antara 3 hari sampai dengan 2 minggu. Pada RH sangat rendah seperti RH = 6% (NaOH) dan 32 % (MgCl<sub>2</sub>) serta RH sangat tinggi seperti RH = 97 (K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), keadaan kesetimbangan (berat konstan) hanya dapat terjadi setelah jangka waktu yang relatif lama (hingga > 2 minggu). Pada RH 75 – 97 %, saat kadar air kesetimbangan tercapai, biji lada hitam sudah ditumbuhi kapang berwarna putih. Kapang yang sering mengkontaminasi lada hitam adalah dari jenis *Aspergillus sp* (Hasanah, 1985).

Hasil yang lebih baik dan seragam dapat diperoleh jika sebelum sampel dimasukkan ke dalam *sorption container* terlebih dahulu dihilangkan airnya (kadar air dibuat menjadi = 0) dengan cara dikeringkan (di dalam oven) hingga beratnya konstan atau cara lainnya (misalnya dengan bantuan desikan). Bagaimanapun, saat pengisian ke dalam *sorption container*, harus dihindari agar tidak terjadi penyerapan kembali uap air.

Hasil kadar air kesetimbangan dari biji dan bubuk lada hitam pada berbagai nilai RH dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Kadar air kesetimbangan pada berbagai Aw

Aw	Garam	Kadar air kesetimbangan Lada Hitam (%bk)	
		Biji	Bubuk
0.06	NaOH	3.6839	2.5936
0.32	MgCl <sub>2</sub>	7.9781	6.4829
0.44	K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	9.0034	8.0135
0.69	KI	14.1600	11.1650
0.75	NaCl	17.7143*	12.9964
0.84	KCl	20.1162*	15.3785
0.90	BaCl <sub>2</sub>	27.1119*	18.6215
0.97	K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	30.7788*	20.6396

\*: ditumbuhi kapang yang terlihat secara visual.

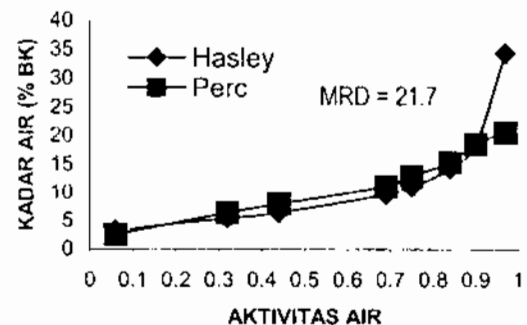
Dari hasil analisa, kadar air kritis biji lada hitam (mulai berjamur) adalah pada saat kadar airnya mencapai 22.69 % bk sedangkan kadar air kritis bubuk lada hitam (mulai menggumpal) adalah pada saat kadar airnya sebesar 16.00 % bk.

**Kurva sorpsi isotermis**

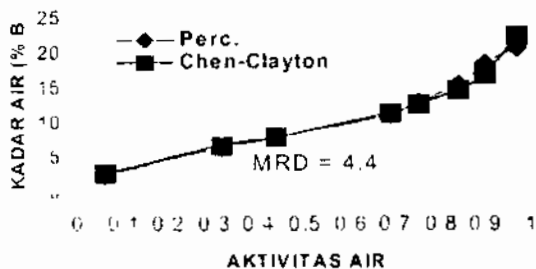
Hasil plot yang memperlihatkan perbandingan antara nilai kadar air kesetimbangan (%bk) hasil percobaan dengan menggunakan model sorpsi isotermis diperlihatkan pada Gambar 1 sampai 5 untuk bubuk lada hitam (sedangkan untuk biji lada hitam tidak dicantumkan). Pada Gambar tersebut terlihat bahwa sebagian model memberikan hasil perhitungan yang hampir sama nilainya (titiknya berimpit) dengan hasil percobaan, namun demikian beberapa model lainnya memberikan hasil perhitungan yang menyimpang cukup jauh dari nilai hasil percobaan. Kriteria dalam memilih model yang paling sesuai dengan hasil percobaan dengan demikian dilakukan dengan menghitung nilai MRD masing-masing model tersebut.

Linearisasi masing-masing model sorpsi isotermis pada titik-titik yang telah diplotkan pada Gambar 1 sampai dengan Gambar 5 memberikan persamaan regresi terhadap masing-masing model berikut nilai konstantanya (*slope* dan *intersept*) seperti yang diperlihatkan pada Tabel 4 untuk bubuk lada hitam dan Tabel 5 untuk biji lada hitam.

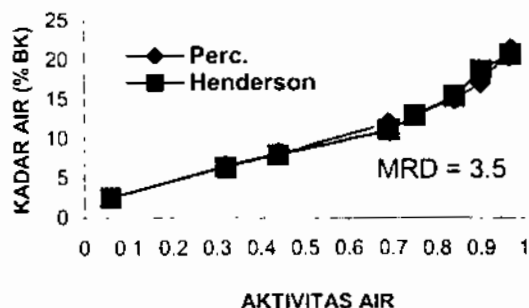
Pengaruh nilai slope ini (parameter b pada persamaan Labuza) terhadap hasil perhitungan waktu kadaluwarsa cukup sensitif, sehingga akan memberikan perubahan nilai waktu kadaluwarsa yang cukup besar dengan perubahan kisaran nilai slope yang kecil.



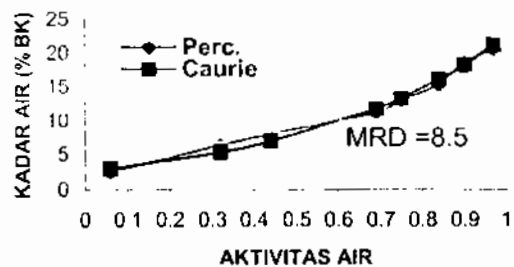
Gambar 1. Perbandingan kurva sorpsi isotermis percobaan dengan Hasley bubuk lada hitam



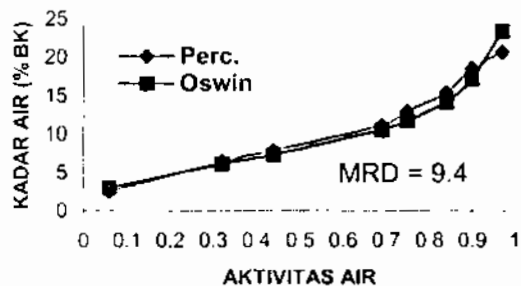
Gambar 2. Perbandingan kurva sorpsi isoterms percobaan dengan Chen-Clayton bubuk lada hitam



Gambar 3. Perbandingan kurva sorpsi isoterms percobaan dengan Henderson bubuk lada hitam.



Gambar 4 Perbandingan kurva sorpsi isoterms percobaan dengan Caurie bubuk lada hitam.



Gambar 5 Perbandingan kurva sorpsi isoterms percobaan dengan Oswin bubuk lada hitam.

Oleh karena itu, cara ini dianggap lebih baik dibanding dengan hanya mencari dan menggunakan nilai garis singgung pada bagian linear dari kurva sebagai nilai slope. Namun demikian, dapat pula terjadi bahwa penggunaan nilai garis singgung pada bagian linear dari kurva hasil percobaan akan memberikan hasil perhitungan yang lebih akurat, hal ini khususnya dijumpai jika nilai MRD > 10%

Tabel 4 Persamaan regresi dan nilai konstanta model sorpsi isoterms untuk bubuk lada hitam

Persamaan	Bentuk linear (Y = a + b X)
Hasley	$\text{Log}(\ln(1/A_w)) = 1.5092 - 1.969 \text{ Log Me}$
Chen-Clayton	$\text{Ln}(\ln(1/A_w)) = 1.6571 - 0.2296 \text{ Me}$
Henderson	$\text{Log}(\ln(1/(1-A_w))) = -1.9612 + 1.8864 \text{ Log Me}$
Caurie	$\text{Ln Me} = 1.0118 - 2.1087 A_w$
Oswin	$\text{Ln Me} = 2.0837 + 0.3457 \text{ Ln}(A_w/(1-A_w))$

Tabel 5. Persamaan regresi dan nilai konstanta model sorpsi isoterms untuk biji lada hitam.

Persamaan	Bentuk linear (Y = a + b X)
Hasley	$\text{Log}(\ln(1/A_w)) = 1.7196 - 1.9412 \text{ Log Me}$
Chen-Clayton	$\text{Ln}(\ln(1/A_w)) = 1.3354 - 0.1489 \text{ Me}$
Henderson	$\text{Log}(\ln(1/(1-A_w))) = -2.0755 + 1.7825 \text{ Log Me}$
Caurie	$\text{Ln Me} = 1.2260 - 2.2179 A_w$
Oswin	$\text{Ln Me} = 2.3540 + 0.3645 \text{ Ln}(A_w/(1-A_w))$

Cara lain yang mungkin ditempuh adalah dengan mensubstitusikan persamaan sorpsi isoterms ke dalam persamaan waktu kadaluarsa (Labuza, 1982) kemudian dicari solusinya, namun hal ini menjadi sangat rumit dalam proses perhitungannya.

**Uji ketepatan model**

Hasil uji ketepatan model (Tabel 6) menunjukkan bahwa kurva-kurva sorpsi isoterms yang dipilih dapat menggambarkan kurva sorpsi isoterms dengan tepat (MRD<5), agak tepat (5<MRD<10) dan kurang tepat (MRD>10). Untuk tujuan perhitungan yang akurat maka dipilih model persamaan yang mempunyai nilai MRD terkecil, walaupun pada biji lada hitam nilai MRD-nya

menggambarkan fenomena sorpsi isotermis agak tepat. Selanjutnya model Caurie dengan nilai MRD 6.6744 digunakan untuk perhitungan umur simpan biji lada hitam dan model Henderson dengan nilai MRD 3.5204 untuk bubuk lada hitam.

Tabel 6 Hasil perhitungan nilai MRD persamaan sorpsi isotermis.

Persamaan	MRD	
	Bubuk Lada Hitam	Biji Lada Hitam
Hasley	21.6611	16.4199
Chen-Clayton	4.3501	11.5779
Henderson	3.5204	9.6429
Caurie	8.4742	6.6744

Penggambaran pengaruh nilai MRD ini terhadap kedekatannya dengan nilai percobaan diperlihatkan pada Gambar 1 sampai dengan Gambar 5. Dalam gambar terlihat jelas bahwa grafik dengan nilai MRD kecil (Gambar 3) memperlihatkan tingkat keberimpitan yang tinggi antara data hasil percobaan dengan data hasil perhitungan.

**Kadar minyak atsiri**

Hasil analisa minyak atsiri lada hitam selama penyimpanan menunjukkan bahwa setelah 30 hari kandungan minyak atsiri yang disimpan dalam bentuk biji cenderung konstan. Penurunan kandungan minyak atsiri pada biji lada hitam hanya 1.36% setelah penyimpanan 30 hari.

Lada hitam yang disimpan dalam bentuk bubuk mengalami penurunan kandungan minyak atsirinya yang cukup banyak yaitu mencapai 40.82%. Persentase penurunan kandungan minyak atsiri pada bubuk lada hitam yang tinggi terjadi karena ukuran partikelnya yang lebih kecil sehingga kehilangan minyak atsirinya lebih banyak, selain itu selama proses pengolahan biji menjadi bubuk bisa juga menyebabkan hilangnya sebagian minyak atsiri. Kandungan minyak atsiri lada hitam selama 30 hari penyimpanan secara lengkap dapat dilihat pada Tabel 7.

Tabel 7. Perubahan kandungan minyak atsiri lada hitam

Lama Penyimpanan (Hari)	Kadar Minyak Atsiri (%)	
	Biji lada	Bubuk lada
0	2.20	0.49
10	2.39	0.40
20	2.20	0.40
30	2.17	0.29

Minyak atsiri yang dihasilkan dari penyulingan lada hitam berwarna hijau kebiruan. Komposisi kimia dari minyak lada yaitu  $\alpha$ -Pinene,  $\beta$ -Pinene, 1- $\alpha$ -Phellandrene, d-limonene,

pipefonal, dihidrocarveol, piperidin, alcohol tersier dan monoterpen aldehida (Pangborn, 1970).

**Waktu kadaluwarsa**

Nilai permeabilitas uap air dari kemasan LDPE, MDPE, HDPE dan PP dari masing-masing kemasan tersebut adalah 0.5, 0.3, 0.1 dan 0.185 g/m<sup>2</sup>.mmHg hari pada suhu sekitar suhu percobaan. (Arpah, et al., 2002) Menurut Arpah et al.,(2002), pengaruh suhu penyimpanan terhadap perubahan nilai permeabilitas kemasan film plastik sangat kecil dalam kisaran suhu 20 hingga 40°C (kisaran suhu penyimpanan dan distribusi produk pangan), sedangkan diluar suhu tersebut perubahan nilai permeabilitas mengikuti hukum Arrhenius. Luas kemasan adalah 0.027 m<sup>2</sup>. Sampel yang digunakan memiliki berat kering 50 gram dengan kondisi penyimpanan 30 °C (Po = 31.824 mmHg). Hasil perhitungan umur simpan biji dan bubuk lada hitam dapat dilihat pada Tabel 8 dan Tabel 9.

Tabel 8. Umur simpan biji lada hitam pada penyimpanan suhu 30°C serta RH 90 dan 95%.

Kemasan	Waktu Kadaluwarsa (Hari)	
	RH 90%	RH 95%
LDPE	435	281
HDPE	726	468
MDPE	2178	1405
PP	1177	760

Tabel 9. Umur simpan bubuk lada hitam pada penyimpanan suhu 30°C serta RH 90 dan 95%.

Kemasan	Waktu Kadaluwarsa (Hari)	
	RH 90%	RH 95%
LDPE	407	209
HDPE	679	348
MDPE	2037	1045
PP	1101	565

Dari perhitungan tersebut dapat diketahui bahwa secara umum umur simpan lada hitam dalam bentuk biji lebih lama dari pada bentuk bubuk. Hal ini disebabkan karena ukuran partikel bubuk lada hitam yang lebih kecil sehingga memudahkan penyerapan air ke dalam bahan pangan yang selanjutnya akan mempercepat kerusakan. Penggunaan kemasan juga sangat mempengaruhi umur simpan. Permeabilitas kemasan yang rendah akan memperpanjang umur simpan.

Tingginya nilai waktu kadaluwarsa ini disebabkan karena kadar air kritis yang digunakan sangat tinggi yaitu 22.69 % bk untuk biji lada dan 16.00 % bk untuk bubuk lada hitam. Nilai kadar air kritis ini diperoleh menggunakan uji orgnoleptik seperti telah dijelaskan sebelumnya, dengan asumsi bahwa penerapan waktu kadaluwarsa yang

diperoleh adalah untuk aplikasi pada pasar lokal. Bagaimanapun, jika tujuannya adalah pasar dengan standar tertentu maka perlu diperhatikan standar kadar air maksimal yang dipersyaratkan dan menggunakan nilai tersebut sebagai nilai kadar air kritis. Standar kadar air rempah untuk perdagangan internasional cukup bervariasi dan berkisar antara 8 % pada cengkeh bubuk hingga 14 % untuk bubuk kayu manis, sedangkan untuk lada hitam adalah 12 %. Jika perhitungan waktu kadaluarsa dilakukan menggunakan nilai kadar air standar internasional tersebut, maka waktu kadaluarsanya akan menjadi lebih singkat.

Kandungan air dalam bahan pangan sangat mempengaruhi konsistensi mutu dan keawetan bahan pangan. Kadar air akan mempengaruhi sifat-sifat fisik produk seperti kekerasan, perubahan kimia, kerusakan oleh mikroorganisme dan kerusakan enzimatis lainnya. Kenaikan kadar air bahan pangan dalam kemasan dipengaruhi oleh permeabilitas uap air, sifat penyerapan uap air bahan pangan dan kelembaban relatif lingkungan sekitar kemasan.

Kemasan LDPE memiliki permeabilitas uap air lebih tinggi dari pada MDPE, PP dan HDPE sehingga produk dalam kemasan LDPE akan menyerap air lebih banyak. Penyerapan uap air tentu saja akan menyebabkan kerusakan. Hal ini dapat dilihat dari perkiraan umur simpan pada kemasan LDPE yang lebih singkat dibanding kemasan yang lain, yaitu 435 hari untuk biji lada hitam pada RH 90% dan 281 hari untuk biji lada hitam pada RH 95%. Sedangkan perkiraan umur simpan bubuk lada hitam pada kemasan LDPE adalah 407 hari untuk RH 90% dan 209 hari untuk RH 95%. Semakin tinggi permeabilitas kemasan terhadap uap air, maka umur simpan akan semakin singkat. Demikian sebaliknya, semakin rendah permeabilitas kemasan terhadap uap air, maka semakin lama umur simpannya.

Kelembaban relatif lingkungan (RH) juga sangat mempengaruhi umur simpan. Pada RH yang tinggi maka akan mengandung lebih banyak uap air sehingga akan terjadi penyerapan uap air ke dalam bahan pangan yang lebih banyak dibandingkan pada RH yang lebih rendah. Semakin banyak uap air yang diserap bahan pangan maka akan mempercepat kerusakan sehingga umur simpan produk lebih singkat. Hal ini dapat dilihat dari perkiraan umur simpan pada seluruh kemasan. Pada RH 90% umur simpan lada hitam baik dalam bentuk biji maupun bubuk lebih lama dibanding RH 95%.

## KESIMPULAN DAN SARAN

### Kesimpulan

Nilai waktu kadaluarsa yang diperoleh dalam penelitian ini relatif besar, ini disebabkan karena kadar air

kritis yang digunakan sangat tinggi yaitu 22.69 % bk untuk biji lada dan 16.00 % bk untuk bubuk lada hitam. Walaupun kadar air awal bubuk lada hitam (10.27% bk) lebih rendah dari biji lada hitam (12.17% bk), namun waktu kadaluarsa biji lada umumnya lebih lama daripada bubuk lada. Bentuk partikel bubuk lada hitam yang lebih kecil menyebabkan penyerapan air yang lebih mudah sehingga produk cepat mengalami peningkatan kadar air dan akan mempercepat kerusakan. Persamaan sorpsi isoteremis yang sesuai untuk bubuk lada adalah model Henderson (MRD=3.5), sedangkan untuk biji lada adalah model Caure (MRD=6.7).

Dari penelitian ini dapat direkomendasikan bahwa lada hitam, baik dalam bentuk biji atau bubuk sebaiknya disimpan dalam kemasan plastik HDPE pada RH 90% yang akan tahan selama 2178 hari (5 tahun 11 bulan 23 hari) untuk biji lada hitam dan 2037 hari (5 tahun 7 bulan 2 hari) untuk bubuk lada hitam.

### Saran

Perlu dilihat masa simpan lada hitam dalam kemasan PET (polyethylene terephthalat) yang memiliki permeabilitas uap air yang lebih rendah dari HDPE

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai penentuan umur simpan lada hitam menggunakan metoda Arrhenius dengan parameter kritis kandungan minyak atsiri.

## DAFTAR PUSTAKA

- AOAC. 1995. *Officials Methods of Analysis of The Association of Official Chemists*, 14<sup>th</sup> ed. AOAC, Inc. Arlington, Virginia.
- Arpah, M., R. Syarief, S. Daulay. 2002. Penerapan uji DUC (days until caking) dalam penetapan waktu kadaluarsa tepung. *Jurnal Teknol. Dan Industri Pangan*, XIII(3);pp: 217-223.
- Cirife, J. dan H.A. Iglesias. 1978. Equations for fitting water sorption isotherm of food Part I A review. *J. Food Technol.* (13):159-174.
- Cirife, J. dan H.A. Iglesias. 1978. Equations for fitting water sorption isotherm of food: Part II Evaluation of various two parameter models. *J. Food Technol.* (13):319-327.
- Floros. J. dan V. Gnanasekharan. 1993. Shelf life prediction of package foods: di dalam *Shelf Life of Food: Chemical, Biological, Physical and Nutritional Aspects* (G. Charalambous, ed.) Elsevier Publ. London.

- Hasanah.** 1985. Pencemaran lada oleh mikroorganisme di Lampung. Pember. Penelitian Tanaman Indonesia. 10(3-4): 72-76
- Isse, M.G., H. Schuchmann, H. Schubert.** 1983. Devided sorption isotherm concept, an alternative way to describe sorption isotherm data. J. Food Eng. 16: 147-157.
- Labuza, T.P.** 1982. Shelf Life Dating of Foods. Food and Nutrition Press, Inc., Westport, Connecticut.
- Lamauro, R.M.** 1984. Diffusion of water in food during storage. Thesis Univ. of Minnesota, USA.
- Pangborn, R.M.** 1970. Preliminary examination of odour pepper. The Flavor Industry, Vol. 19.
- Rahayu, W.P.** 1998. Penntun Praktikum Penilaian Organoleptik, IPB, Bogor.
- Spieß W.E.L. and W. Wolf.** 1987. Critical evaluation of methods to determine moisture sorption isotherm. Di dalam: Water Activity : Theory and Application To Foods. (R.B. Rocland and L.R. Beuchat, ed.) Marcell-Dekker, NY.
- Syarief, R., dan H.Halid.** 1993. Teknologi Penyimpanan Pangan, PAU Rekayasa Proses Pangan, IPB Bogor.
- Wijaya, H., dan Ferry.** 1998. Penentuan umur simpan sarang burung wallet dengan metoda sorpsi isothermis. Jurnal Ilmu dan Tek. Pangan. III(2);pp:21-26.