

Pengaruh Volume Distiller Pada *Microwave Assisted Extraction* (MAE).

Zuhdi, ma'sum, Universitas Tribhuwana Tunggaladewi, Malang, Indonesia.

Email : zuhdimasum49@gmail.com.

Abstrak

Tujuan dari penelitian ini adalah menentukan volume distiller sebagai parameter utama pada metode *Microwave assisted Extraction* (MAE). Saat ini banyak penelitian proses ekstraksi minyak atsiri telah dapat dilakukan dengan cepat menggunakan metode MAE dan terbukti menurunkan waktu ekstraksi secara signifikan. Namun demikian, penelitian tersebut hanya mempertimbangkan parameter daya mikrowave, jenis pelarut, waktu ekstraksi. Terdapat parameter penting lainnya yang juga perlu diamati yaitu volume distiller. Pengamatan parameter ini akan memberikan pengaruh pada peningkatan kapasitas. Parameter volume distiller akan dibandingkan dengan, daya mikrowave terhadap yield dan waktu ekstraksi pada perubahan rasio bahan terhadap volume pelarut (F/S). Kemudian pengaruh daya diamati terhadap perubahan kapasitas (peningkatan volume bahan dan pelarut) ekstraksi. Hasil penelitian menunjukkan bahwa volume distiller secara signifikan mempengaruhi hasil ekstraksi. Model matematis menghasilkan persamaan kuadrat dengan nilai signifikan kurang dari 5% (0,0003) , Mean-Std dev $1,27 \pm 0,111$, R-Squared 0,88. Pengujian terhadap model persamaan dari metode RSM menunjukkan kesesuaian yield dengan nilai ketepatan yang memadai. Sedangkan nilai ketepatan pada faktor daya 0,75 dan nilai ketepatan waktu ekstraksi 0,99. Dengan hasil ini dapat disimpulkan bahwa pada peningkatan volume distiller dapat ditetapkan sebagai salah satu parameter dalam MAE yang mempengaruhi yield dengan kualitas minyak yang dihasilkan cukup baik.

Kata Kunci: volume, distiller, RSM, microwave, ekstraksi.

1. Pendahuluan

Peran minyak atsiri sebagai bahan pengharum alami pada produk-produk industri rumah tangga semakin berkembang. Minyak atsiri sendiri adalah minyak beraroma yang dihasilkan dari bahan tanaman dengan cara diekstrak menggunakan pelarut. Minyak yang dihasilkan dari proses distilasi diolah dan dicampurkan dalam berbagai produk rumah tangga sebagai bahan tambahan aroma. Dan dengan perubahan gaya hidup dari penggunaan bahan kimia menuju ke pola 'kembali ke alam', maka kebutuhan minyak atsiri juga semakin meningkat. Kebutuhan yang tinggi pada produk ini ditunjukkan dengan nilai perdagangan ekspor diseluruh dunia yang selalu menunjukkan peningkatan. Beberapa negara penghasil minyak terbesar dengan teknologi ekstraksi yang sangat maju adalah Amerika, China, Perancis, Guatemala, Sri Langka, Argentina dan Brasil. Dengan adanya prospek minyak atsiri yang sangat besar tentunya penguasaan teknologi ekstraksi tanaman mutlak diperlukan guna menghasilkan produk yang kompetitif.

Beberapa tahun belakangan muncul istilah baru untuk proses ekstraksi minyak atsiri yang sering disebut dengan istilah 'green technique'. Istilah ini merujuk pada metode ekstraksi yang ramah lingkungan dan salah satu diantaranya adalah pemanas mikrowave. Metode ekstraksi ini sering disingkat MAE (*microwave assisted extraction*). Metode ini dianggap terobosan baru karena efektifitas peningkatan suhu pelarut. Efektifitas ini dihasilkan dari interaksi molekul pelarut dengan gelombang mikrowave yang menghasilkan pemanasan spontan. Sesuai sifatnya, Ion positif yang terdapat pada molekul benda akan bergerak mengikuti gerakan naik turun (*osilasi*) gelombang. Apabila gerakan *osilasi* gelombang bergerak dengan cepat, maka ion positif molekul akan bergerak dengan cepat pula. Gesekan yang sangat cepat antar molekul akibat gerakan ion positif akan menimbulkan panas secara spontan. [1,2] Beberapa peneliti terdahulu menyatakan bahwa efisiensi pemanasan microwave didapatkan dari penurunan waktu ekstraksi. [3-6].

Namun demikian efisiensi dan efektifitas pemanasan gelombang mikro ini tidak serta merta menunjukkan ketidakadanya kekurangan dari penggunaan mikrowave pada proses ekstraksi. Kekurangan *microwave* pada proses ekstraksi adalah distribusi gelombang dalam ruang ekstraksi yang tidak

seragam. Dalam proses pemanasan, *microwave* dipancarkan dari magnetron kedalam ruang. Gelombang akan memantul melalui dinding dan tersebar merata dalam ruang. Namun demikian, homogenitas gelombang dalam ruang semakin menurun jika terdapat pelarut didalam ruang yang mampu menyerap gelombang mikrowave [7]. Sebagai contoh, *microwave* pada frekwensi 2.45GHz dengan panjang gelombang 12,24 cm yang dipancarkan dalam ruang dan melewati pelarut air, maka gelombang itu akan terserap oleh molekul air hingga jarak ± 2.45 cm (*penetration depth*). [8–14]. Dan tentu saja *microwave* yang telah terserap tidak dapat dipantulkan kembali sehingga tidak dapat tersebar merata. [15–19].

Pada banyak publikasi ilmiah yang telah diterbitkan, kelemahan *microwave* akibat pengaruh ruang pemanasan kurang diperhatikan. Sejauh pengetahuan yang penulis dapatkan dari membaca ratusan publikasi tentang MAE, parameter yang dipilih hanya berkisar pada daya mikrowave, waktu radiasi dan jenis pelarut. Tidak ada penelitian MAE yang dilakukan dengan mempertimbangkan volume distiller sebagai parameter. Sedang pada kenyataannya penambahan jumlah bahan pasti meningkatkan volume distiller. Dengan *penetration depth* yang terbatas dan peningkatan luas permukaan distiller maka waktu pemanasan akan meningkat. Hal ini akan menurunkan efektifitas MAE. [20–23] Tulisan ini adalah sebuah kontribusi yang dibuat oleh penulis sebagai refferensi bagi peneliti lain dalam meningkatkan kualitas hasil penelitian. Tulisan ini disajikan berdasarkan data penelitian yang menunjukkan bahwa volume ruang pemanas dapat dipertimbangkan sebagai parameter utama dalam MAE.

2. Dasar Teori

2.1 Distilasi

Distilasi (penyulingan) merupakan suatu proses pemisahan komponen-komponen suatu campuran yang terdiri atas dua jenis campuran atau lebih berdasarkan perbedaan tekanan uap atau berdasarkan perbedaan titik didih dari komponen-komponen senyawa tersebut. Dalam industri minyak atsiri dikenal 3 (tiga) macam tipe distilasi yang didasarkan pada kontak antara pelarut dan bahan yang akan disuling yaitu distilasi dengan air (*Hydro Distillation*), distilasi dengan uap dan air (*Steam_Hydro Distillation*), distilasi

dengan uap (*Steam Distillation*). Pada metode destilasi dengan air (*Hydro Distillation*), bahan yang akan disuling akan mengalami kontak langsung dengan air mendidih. Bahan akan mengapung di atas air atau terendam secara sempurna tergantung dari bobot jenis dan jumlah bahan yang disuling. Ciri khas dari metode ini ialah kontak langsung antara bahan dengan pelarut. Beberapa jenis bahan (misalnya bubuk buah badam, bunga mawar, dan orange blossoms) harus disuling dengan metode ini, karena bahan harus tercelup dan bergerak bebas dalam air mendidih. Pada metode distilasi dengan uap dan air (*Steam_Hydro Distillation*), bahan diletakkan di atas rak-rak atau saringan berlubang. Ketel suling diisi dengan air sampai permukaan air berada tidak jauh di bawah saringan. Ciri khas dari metode ini adalah penggunaan uap jenuh yang dihasilkan dari pemanasan langsung pelarut dibawah bahan pada ketel yang sama. Metode ketiga disebut distilasi dengan uap (*Steam Distillation*). Ciri utama dari metode ini adalah uap jenuh yang dihasilkan dari ketel yang terpisah dari ketel bahan.

2.2 Gelombang Mikro (*Microwave*)

Gelombang mikro atau *microwave* merupakan salah satu bentuk energi elektromagnetik dengan panjang gelombang antara 0,01 hingga 1 meter. Gelombang mikro terletak di antara gelombang inframerah dan gelombang radio (Gambar 2.5) dan memiliki frekuensi yang berkisar antara 0,3 sampai 30 GHz. Untuk penggunaan dalam laboratorium, frekuensi yang sering dipakai adalah 2,45 GHz. Pada nilai frekuensi ini gelombang mikro memiliki kedalaman penetrasi yang sesuai untuk kondisi reaksi, terutama dengan adanya molekul polar seperti air.

Microwave bekerja dengan melewati radiasi gelombang mikro pada molekul air, lemak, maupun gula yang sering terdapat pada suatu bahan. Molekul-molekul ini akan menyerap energi elektromagnetik tersebut. Proses penyerapan energi ini disebut sebagai pemanasan dielektrik (*dielectric heating*). Molekul-molekul pada suatu bahan bersifat elektrik dipol (*electric dipoles*), artinya molekul tersebut memiliki muatan negatif pada satu sisi dan muatan positif pada sisi yang lain. Akibatnya, dengan kehadiran medan elektrik yang berubah-ubah yang diinduksikan melalui gelombang mikro pada masing-masing sisi akan berputar untuk saling mensejajarkan diri satu sama lain. Pergerakan molekul ini akan menciptakan panas seiring dengan

timbulnya gesekan antara molekul yang satu dengan molekul lainnya. Energi panas yang dihasilkan oleh peristiwa inilah yang berfungsi sebagai agen pemanasan bahan di dalam dapur *microwave* [24].

Dalam *microwave* terdapat sebuah tabung vakum elektronik yang disebut *magnetron* yang menghasilkan pancaran gelombang radio yang sangat pendek (*microwave*). Gelombang tersebut dipancarkan ke sebuah kincir yang terbuat dari logam yang disebut "*stirrer*" atau pengaduk. *Stirrer* ini berputar selama magnetron memancarkan gelombang radio sehingga gelombang radio tersebut terpancarkan dan terdistribusi secara merata ke dalam ruang masak dari *microwave*. Dalam ruang masak, gelombang *microwave* yang sudah didistribusikan akan mengubah arah molekul-molekul dari suatu bahan (terutama air). Perubahan tersebut terjadi dengan sangat cepat yaitu sekitar 2450 megahertz atau 2,45 milyar siklus perdetik. Perubahan yang sedemikian cepat inilah yang kemudian menimbulkan panas yang akhirnya memasak bahan tersebut. *Microwave* memasak bahan dengan cepat karena panas langsung ditimbulkan di dalam bahan itu sendiri, berbeda dengan oven konvensional yang cuma memanaskan dinding tempat bahan dan udara di sekitarnya.

2.3 Mekanisme pemanasan *Microwave*

Radiasi non-ionizing yang bergerak pada frekwensi mulai dari 100MHz hingga 1000GHz. Frekwensi yang lebar ini memungkinkan gelombang mikro dapat digunakan dalam berbagai bidang. Aplikasi gelombang mikro yang paling umum dan sering ditemui adalah pada sistem radar dan telekomunikasi [2]. Sedangkan penggunaan istilah mikrowave umumnya merujuk pada frekwensi 3 – 300 GHz dan memiliki panjang gelombang masing-masing 10 cm sampai 1mm. Dengan frekwensi yang tinggi dan panjang gelombang yang pendek memunculkan berbagai aplikasi menggunakan mikrowave. Beberapa aplikasi mikrowave digunakan dalam industri pengeringan dan proses pangan. Beberapa puluh tahun belakangan muncul aplikasi gelombang mikro di bidang penelitian dan pengobatan. Penggunaan frekwensi pada bidang ini berkisar antara 915MHz dan 2.45GHz [4,25].

Proses pemanasan dengan gelombang mikro melibatkan agitasi molekul polar atau ion yang bergetar di bawah pengaruh medan magnet atau listrik

yang bergetar. Dalam medan yang bergetar, partikel-partikel berusaha untuk mengorientasi diri agar menjadi mengikuti ion. Gerakan partikel-partikel dibatasi oleh gaya dalam partikel yang menghasilkan gerakan acak hingga akhirnya menghasilkan panas. Respon berbagai material terhadap radiasi gelombang mikro beragam dan tidak semua material dapat mengalami pemanasan oleh gelombang mikro, hanya material yang mengabsorpsi radiasi gelombang mikro saja yang sesuai dengan *microwave chemistry*. Material ini dikelompokkan berdasarkan mekanisme pemanasannya yaitu pertama polarisasi dipolar. Polarisasi bipolar merupakan proses menghasilkan panas oleh molekul polar. Gambar menunjukkan bahwa molekul polar yang berada dalam medan elektromagnetik yang berosilasi dengan frekuensi yang sesuai berusaha untuk mengikuti medan dan menjajarkan diri agar sefasa dengan medan. Adanya gaya dalam molekul menyebabkan molekul polar tidak dapat mengikuti orientasi medan. Peristiwa tersebut menghasilkan pergerakan partikel acak yang akan menghasilkan panas.

Polarisasi dipolar dapat menghasilkan panas dengan salah satu atau dua mekanisme interaksi antara molekul pelarut polar, seperti: air, metanol, dan etanol dan interaksi antara molekul terlarut polar, seperti: amonia dan asam format. Radiasi gelombang mikro memiliki frekuensi yang sesuai (0,3-30 GHz) untuk mengosilasi partikel polar dan bernilai cukup besar untuk interaksi intermolekul. Di samping itu, energi foton gelombang mikro relatif sangat rendah (0,037 kkal/mol) apabila dibandingkan dengan energi yang dibutuhkan untuk memutuskan ikatan molekul (80-120 kkal/mol). Oleh karena itu, eksitasi molekul dengan gelombang mikro tidak mempengaruhi struktur molekul. Interaksi yang terjadi murni kinetik. Mekanisme lain adalah konduksi. Konduksi panas dihasilkan karena adanya resistansi terhadap arus listrik. Medan elektromagnetik yang bergetar menghasilkan getaran elektron atau ion dalam konduktor dan menghasilkan arus listrik. Arus yang masuk ke dalam tahanan internal akan memanaskan konduktor. Kemudian polarisasi antarmuka (interfacial polarization). Mekanisme pemanasan jenis ini merupakan gabungan dari mekanisme polarisasi dipolar dan mekanisme konduksi. Gelombang mikro beroperasi pada frekwensi 2,45GHz dengan panjang gelombang 12.24 cm dan energy sebesar 0.23 cal/mol(=0.94J/mol) dan 0.0016eV. Energy ini menyebabkan rotasi molekul

dengan dua mekanisme yaitu konduksi ion dan rotasi dipol. Konduksi ion yang terjadi akibat adanya perubahan letak ion teradiasi gelombang magnetik [26], sedangkan rotasi dipole merupakan gerakan molekul polar yang memiliki momen dipole baik permanen maupun dipengaruhi oleh medan listrik. Kedua momen ini selalu bergerak mengikuti medan listrik yang dikeluarkan oleh gelombang elektromagnetik dengan kecepatan rotasi sebesar 4.9×10^9 per detik. Kecepatan rotasi molekul ini menyebabkan kenaikan suhu pada material.

Efektifitas pemanasan material oleh mikrowave dipengaruhi oleh dua hal yaitu penyerapan gelombang mikro dan jarak gelombang mikro dapat menembus bahan. Penyerapan energy elektromagnetik tergantung pada complex permittivity ϵ yang dinyatakan dengan $\epsilon = \epsilon' + j\epsilon''$ dimana ϵ' adalah *dielectric constant* atau dapat diartikan sebagai nilai dari electric field material dan ϵ'' adalah *dielectric loss* atau nilai perubahan energy diserap dan dirubah menjadi panas.

Rasio antara elektomagnetik masuk dan dirubah menjadi panas disebut dengan dielectric loss yang dinyatakan dengan $\tan \delta = \epsilon'' / \epsilon'$. Dengan demikian $\tan \delta$ atau faktor disipasi menyatakan kemampuan material merubah radiasi menjadi panas. Material dengan nilai $\tan \delta \geq 0,1$ memiliki daya serap yang tinggi sedangkan material dengan $\tan \delta \leq 0,01$ tidak dapat menyerap gelombang mikro [27].

2.4 Penetrasi Microwave

Secara definisi *penetration depth* adalah titik dimana terdapat 37% dari sisa radiasi awal microwave. Penetration depth berbanding terbalik dengan loss tangen dan sangat bergantung dengan temperatur dan frekwensi. Sebagai contoh, semakin besar momen dipol pada larutan maka semakin cepat pemanasan dan pada akhirnya meningkatkan viskositas larutan akibat ikatan hidrogen yang melemah. Peningkatan viskositas larutan akan meningkatkan penetrasi gelombang mikro (*penetration depth*) sekaligus menurunkan pengaruh gelombang mikro pada material. [28,29]. Dalam hal ini menjelaskan kondisi dimana pada suhu diatas 100°C gelombang mikro tidak dapat efektif memanaskan sehingga suhu air tidak dapat lagi meningkat.

Material dengan tangen loss tinggi akan memiliki penetration depth yang rendah karena gelombang microwave akan banyak terserap pada permukaan material. Pada pelarut seperti air yang memiliki harga tangen loss 0.123 pada suhu 25°C dan 2.45GHz penetration depth hanya 1.4 cm dari permukaan. Dengan demikian pada pemanasan melebihi jarak tersebut tidak terjadi karena pengaruh microwave [30,31].

2.5 Perubahan Volume Distiller

Pada penggunaan jenis bahan dan ukuran yang sama maka meningkatnya jumlah bahan juga akan meningkatkan volume bahan. Pada ekstraksi dengan jumlah bahan yang sedikit penetrasi mikrowave yang pendek ini tidak akan banyak berpengaruh namun pada jumlah bahan yang semakin banyak maka keterbatasan jarak penetrasi akan memanaskan menguapkan kandungan bahan dengan cepat hanya pada jarak terbatas secara berulang-ulang. Sedangkan pemanasan diluar jangkauan mikrowave akan berlangsung secara konvensional. Pemanasan berulang-ulang pada bahan juga menyebabkan pemanasan berlebihan pada daerah tertentu saja. Peningkatan volume ruang akan meningkatkan waktu ekstraksi terutama pada pemanasan mikrowave secara tidak kontinyu. Pada mekanisme pemanasan dengan mikrowave, peningkatan suhu yang menyebabkan penguapan akan terjadi hanya pada saat radiasi mikrowave berlangsung. Pada saat suhu mencapai lebih dari 95°C maka jarak penetrasi gelombang mikro akan meningkat atau dengan kata lain pada suhu lebih tinggi air akan lebih sulit mendidih. Hal ini mempengaruhi kecepatan proses kondensasi. Dalam volume ruang kecil, uap dapat mengalir dengan cepat melewati ruang dan menuju kondensor untuk didinginkan. Namun dalam ruang lebih besar uap akan memenuhi ruangan terlebih dahulu sebelum melewati kondensor. Pada pemanasan tidak kontinyu dimana radiasi mikrowave berhenti pada saat uap baru mencapai kondensor maka ekstraksi akan berlangsung lama. [23]

2.6 Kesamaan Bentuk

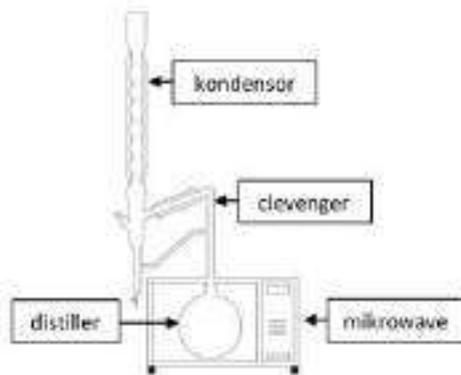
Geometric similarity adalah kesamaan dimensi antara model(m) dan prototype(p). Dari definisi sederhana ini maka dapat dinyatakan bahwa geometri similarity ditunjukkan dengan bentuk yang sama namun dengan ukuran yang berbeda dengan kata lain rasio ukuran pada setiap bagian yang

dimiliki model adalah sama dengan yang dimiliki prototype pada setiap bagian. Pada kenyataannya sangat sulit mendapatkan data secara tepat antara model dan prototype namun demikian kesesuaian penggunaan parameter yang dapat memberikan hasil yang sama sudah cukup dinyatakan bahwa dua buah objek memiliki perilaku yang sama.

3. Metode eksperimen ukuran distiller pada MAE

3.1 Peralatan eksperimen

Dalam pengujian parameter volume ruang pemanas digunakan peralatan utama yang terdiri dari *microwave* dan *distiller* yang terbuat dari labu distilasi alas bulat, kondensor dan *clevenger extractor*. Volume *distiller* yang digunakan memiliki volume yang bervariasi yaitu 500 mL ($d = 10$ cm), 1000 mL ($d = 12,5$ cm), 2000 mL ($d = 16$ cm), 3000 mL (18 cm). Gelombang mikro dipancarkan dari magnetron pada peralatan *Microwave* dengan merk LG MS2342D dengan spesifikasi daya magnetron 700 W dan daya listik 450W, 220 V. Frekuensi *microwave* 2450 MHz. Thermokopel KRISBOW KW06-283, Single Type K thermometer with input direct or differential measurements to 0.1°, Range:14°C~1093°C Accuracy: 0.5% 2°C.



Gambar 1. Skema peralatan MAE

3.2 Kondisi Operasi

Kondisi operasi yang digunakan untuk metode *microwave microwave hydrodistillation* adalah pada tekanan atmosferik dan Volume pelarut 250 mL untuk bahan diekstrak sebanyak 40 g dan 60 g pada destiller 500 mL, Volume pelarut 500 mL pada destiller 1000 mL untuk bahan diekstrak sebanyak 60 g, 80 g, dan 160 g. Volume pelarut 1000 mL pada destiller 2000 mL untuk bahan diekstrak sebanyak 80 g, 160 g, dan 240 g. Volume pelarut 1500 mL pada distiller 3000 mL dengan bahan diekstrak sebanyak 120 g, 240 g dan 360 g.

3.3 Variabel Penelitian

Daya *microwave*: 420 W, 560 W, 700 W. Rasio bahan baku terhadap *solvent* untuk daun serai (*Cymbopogon Nardus*) adalah 1, 0,08, 0,16, dan 0,24 g / mL. Kondisi bahan baku untuk daun serai (*Cymbopogon nardus*) kering (kadar air $\pm 16\%$). Waktu perendaman bahan untuk ekstraksi daun serai dengan metode *microwave hidrodistillation* 30 menit. Pengamatan pada ekstraksi minyak serai dilakukan setiap 10 menit untuk metode.

3.4 Besaran yang Diukur dan Analisa terhadap Minyak Atsiri

Adapun beberapa besaran dan analisa yang dilakukan terhadap minyak serai wangi yang diperoleh antara lain:

Pengukuran *yield* minyak atsiri

$$\text{Yield} = \frac{\text{berat minyak atsiri yang dihasilkan}}{\text{berat bahan baku yang digunakan}} \times 100 \quad (1)$$

Pengukuran *recovery* minyak atsiri

$$\text{Recovery} = \frac{\text{massa minyak atsiri setiap waktu}}{\text{massa minyak atsiri total}} \times 100 \quad (2)$$

3.5 Pengaruh Rasio F/S Terhadap Yield

Analisa terhadap pengaruh F/S dilakukan guna mendapatkan yield maksimal yang dihasilkan dari bahan yang digunakan. Sebagai acuan maka dilakukan ekstraksi dari bahan yang sama namun menggunakan metode konvensional. Dari hasil ekstraksi ini didapatkan persen yield rata-rata sebesar 1,4 %. Dari hasil ini maka dilakukan ekstraksi dengan metode

Microwave assisted Hidrodistillation (MAH). Perbandingan dengan metode MAH dilakukan pada variasi daya yang digunakan dan volume pelarut yang digunakan.

3.6 Rasio Daya Mikrowave pada Peralatan

Rasio daya mikrowave adalah perbandingan daya maksimal dengan daya lain yang lebih kecil yang dikeluarkan oleh magnetron. Daya maksimal mikrowave (P_{max}) dalam ruang mikrowave didapatkan dari energy listrik yang disalurkan dari sumber listrik. Perbandingan tiap level daya dihasilkan dengan mengatur durasi pancaran mikrowave tiap menit (t).

$$W_{11} = P_{max} \cdot t \quad (3)$$

Dengan demikian, dalam durasi satu menit (W_{11}) mikrowave yang dipancarkan oleh magnetron adalah sebesar $W_{11} \approx 700W \times 60s = 42000 J \text{ min}^{-1}$. Dari hasil pengukuran didapatkan bahwa pada level kedua (W_{12}) dan ketiga (W_{13}) durasi radiasi dalam satu menit berlangsung masing-masing 48 detik dan 36 detik atau 80% dan 60% dari daya tertinggi (W_{11}). Sehingga pada penggunaan variabel daya microwave lebih rendah, radiasi mikrowave dipancarkan dengan mengatur 80% dan 60% waktu pancaran sehingga didapatkan $W_{12} = 0,8 W_{11}$ dan $W_{13} = 0,6 W_{11}$. Dengan demikian energy yang dikeluarkan sebesar $W_{12} = 33600 J$ dan $W_{13} = 25200 J$.

3.7 Penyerapan Mikrowave oleh Pelarut

Rasio penyerapan mikrowave adalah perbandingan antara kemampuan pelarut dalam volume tertentu menyerap energy gelombang mikro yang dipancarkan dalam ruang microwave. Dalam penelitian ini dilakukan perbandingan waktu penyerapan mikrowave pada volume pelarut dan jumlah bahan ekstraksi yang berbeda.

Kemampuan menyerap material pelarut dinyatakan dengan Q_w . Mikrowave yang terserap oleh pelarut digunakan untuk meningkatkan suhu pelarut hingga terjadi penguapan. Dari hasil pengukuran didapatkan suhu awal adalah 27°C dan suhu penguapan didapatkan sebesar 115°C. Kemampuan menyerap volume pelarut dinyatakan dengan Q_w yaitu energy terserap oleh pelarut untuk meningkatkan suhu dari suhu awal (27°C) hingga terjadi penguapan (115°C) dinyatakan dengan :

$$Q_w = m_L C_p \Delta T \quad (4)$$

Jika microwave yang tidak terserap pelarut dan terserap lingkungan dinyatakan dengan Q_{loss} maka persamaan dinyatakan dengan :

$$P_{mw} = Q_w + Q_{loss} \quad (5)$$

Jika energy terserap lingkungan Q_{loss} tidak dapat diukur maka persamaan 3 menjadi

$$P_{mw} = Q_w \quad (6)$$

dengan persamaan 4 didapatkan rasio penyerapan pelarut untuk meningkatkan temperatur pelarut terhadap microwave yang dipancarkan didapatkan

$$\text{rasio terserap} = \frac{Q_w}{P_{mw}} \quad (7)$$

Dengan perubahan volume pelarut dan daya yang digunakan maka persamaan 5 dinyatakan dengan

$$r_{li} = \frac{m_{li} C_p}{P_{li}} \cdot \frac{dT}{dt} \quad (8)$$

Dimana m_{li} adalah perubahan volume pelarut dan W_{li} adalah perubahan daya. Guna mendapatkan rasio penyerapan microwave yang sebanding maka dilakukan perubahan volume pelarut dan hasilnya dibandingkan pada daya yang sama.

Dalam penelitian ini rasio penyerapan diuji pada volume pelarut yang bervariasi. Dengan asumsi bahwa lama pemanasan akan berbeda pada penggunaan daya microwave dan juga pada volume pelarut yang berbeda maka dalam penelitian ini perbandingan penyerapan microwave oleh pelarut diamati pada perubahan rasio daya microwave (W_{li}) yaitu 700W, 560W, 420W. pada masing-masing volume pelarut (m_{li}) yang berbeda yaitu 250mL, 500mL, 1000mL, 1500mL dan 3000ml..

3.8 Analisis Dimensi

Proses ekstraksi berlangsung pada saat suhu (T) dimana seluruh material telah mencapai titik didih. Kecepatan kenaikan suhu (θ), mencapai titik didih tergantung pada jumlah gelombang mikro yang terserap oleh pelarut[20]. Dari persamaan 3 dan 4 didapatkan

$$P_{MW} = Q_w \quad (9)$$

Dimana $W_{MW} \triangleq [ML^2T^{-2}]$ dan W_{mw} adalah energy mikrowave (J) dan Q_w adalah daya diserap selama waktu radiasi (t). Nilai Q_w didapatkan dari mengukur temperatur awal pelarut hingga mencapai temperatur penguapan.

$$Q = km_L C_p \Delta T \quad (10)$$

Dimana

$$C_p = \frac{J}{kg K} = \frac{ML^2T^{-2}}{M \theta} = \frac{L^2T^{-2}}{\theta} = L^2T^{-2}\theta^{-1} \quad (11)$$

dan $m_L = kg = M$; $\Delta T = K = \theta$; $m_L C_p \Delta T \triangleq [M][L^2T^{-2}\theta^{-1}][\theta^1] = ML^2T^{-2}$. Sehingga

$$W_{MW} = Q_w = [ML^2T^{-2}] = idem. \quad (12)$$

3.9 Rasio Keserupaan bentuk

Dua buah benda dengan volume lebih besar atau lebih kecil dikatakan serupa apabila memiliki bentuk dan ukuran yang sebanding. Dalam penelitian ini keserupaan bentuk ditunjukkan pada geometri distiller berupa labu bulat dengan ukuran yang berbeda. Volume distiller yang digunakan dalam penelitian ini dinyatakan dengan volume bola.

$$V \approx \frac{4}{3}\pi r^3 \quad (13)$$

Pada volume terkecil ($d \approx 9.85\text{cm}$) dinyatakan sebagai volume model, V_m . Selanjutnya, dengan bentuk yang sama dengan ukuran berbeda antara volume model dan volume prototype dinyatakan dengan : $V_m \sim V_{p1} \sim V_{p2} \sim V_{p3}$. Jika rasio dimensi dari model terhadap prototype adalah sama maka secara matematis dinyatakan : $\frac{V_m}{V_{p1}} = V_{r1}$ atau $\frac{V_m}{V_{p2}} = V_{r2}$ atau $\frac{V_{p1}}{V_{p2}} = V_{r3}$ dan dengan menyatakan $4/3\pi = \text{konstan } (C_0)$, dan $r = l$, maka :

$$V_m = C_0 r^3 = C_0 l^3 \triangleq L_m^3 \quad (14)$$

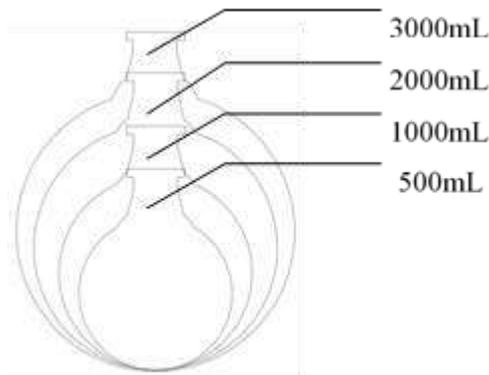
sehingga $V_{p1} = L_{p1}^3$ dan $V_{p2} = L_{p2}^3$, maka didapatkan rasio keserupaan volume

$L_m^3 = 500mL$, sehingga

$$L_{p1}^3 = 2L_m^3$$

$$L_{p2}^3 = 2L_{p1}^3$$

$$L_{p3}^3 = 2L_{p2}^3.$$



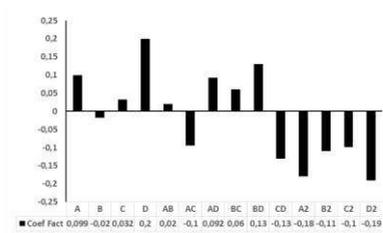
Gambar 2. Keserupaan bentuk labu distiller yang digunakan dalam ekstraksi dengan perbandingan ukuran

4. Hasil

4.1 Analisa Interaksi Faktor Terhadap Respon dan Penentuan Optimum Proses Menggunakan Metode *Respon Surface*

Pada faktor yang diuji terhadap respon (yield) terdiri dari Volume distiller (A), Rasio F/S (B), Daya (C), Waktu (D) dan interaksi antar faktor (AB), (AC), (AD), (BC), (BD), (CD). Dari tabel terlihat bahwa Model dinyatakan signifikan. Demikian juga dengan nilai P-value secara parsial Volume destiller (A), waktu (D) dan interaksi antara Rasio F/S:Waktu (BD) dan Daya:Waktu (CD) memiliki nilai signifikan terhadap yield dengan peluang kesalahan model kurang dari 5%. Metode respon surface memberikan model empiris terhadap hubungan antar faktor terhadap yield $Yield = 1,51 + 0,099*A - 0,018*B + 0,032*C + 0,2*D + 0,02*AB - 0,095*AC + 0,092*AD + 0,06*BC + 0,13*BD - 0,13*CD - 0,18*A^2 - 0,11*B^2 - 0,098*C^2 - 0,19*D^2$.

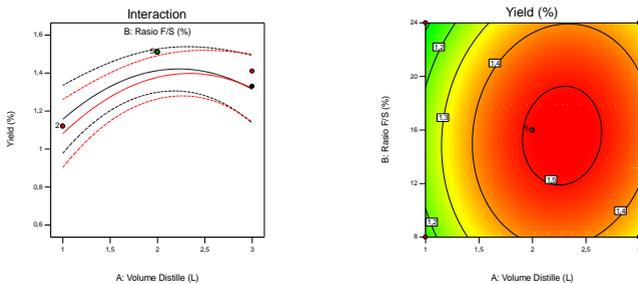
Dari model empiris menunjukkan nilai positif (+) dan nilai negatif (-) masing-masing faktor dan interaksi antar faktor terhadap yield. Secara grafis nilai positif dan negatif terlihat pada gambar 3. Nilai positif (+) mengindikasikan bahwa setiap kenaikan nilai faktor akan berpengaruh menaikkan respon (yield) dan sebaliknya nilai negatif (-) berpengaruh menurunkan respon (yield).



Gambar 3. Diagram nilai pengaruh faktor dan nilai koefisien faktor terhadap respon (yield).

4.2 Interaksi Volume Distiller Dan Rasio F/S Terhadap Yield

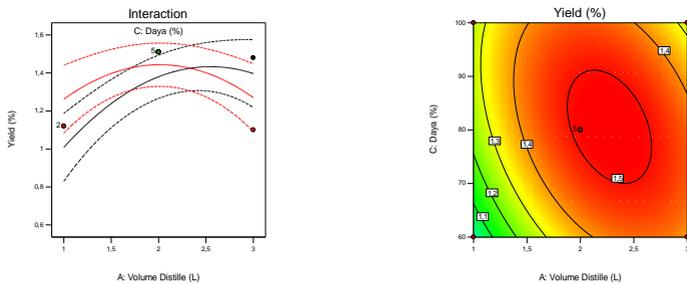
Secara parsial peningkatan volume distiller (A) akan meningkatkan yield sedangkan peningkatan F/S (B) pada rasio tertinggi akan menurunkan yield. Sedangkan interaksi antar faktor volume distiller (A) terhadap Rasio F/S (B) menunjukkan nilai positif (+). Hal ini menunjukkan bahwa terjadi peningkatan persen yield pada rentang rasio F/S dengan meningkatnya volume distiller. Pada contour plot (2D) terlihat bahwa nilai optimum persen yield dalam range 1,4 – 1,51 (warna merah) dicapai pada volume distiller antara 1,8 hingga 3L dengan rasio F/S 0,16g/mL(16%) hingga 0,22g/mL(22%).



Gambar 4. Respon surface contour plot (2D) dan Interaksi antar faktor Volume Distiller dan Rasio F/S terhadap Yield

4.3 Interaksi Volume Distiller Dan Rasio Daya Terhadap Yield

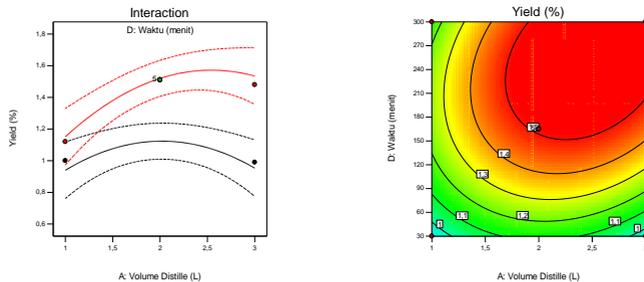
Secara parsial peningkatan volume distiller (A) akan meningkatkan yield demikian juga peningkatan Daya (C). Namun demikian peningkatan Daya (C) pada nilai maksimum akan menurunkan yield (gambar 4.27.a). Sedangkan interaksi antar faktor volume distiller (A) terhadap Daya (C) menunjukkan nilai negatif (-). Hal ini menunjukkan bahwa peningkatan volume distiller akan memberikan nilai persen yield yang tinggi pada daya mendekati maksimum. Sedangkan penggunaan daya yang rendah akan semakin menurunkan persen yield. Pada contour plot (2D) terlihat bahwa nilai optimum yield dalam range 1,4 – 1,51 (warna merah) dicapai pada volume distiller antara 2,2 hingga 3L dengan rasio Daya maksimum 90%.



Gambar 5. Respon surface contour plot (2D) dan Interaksi antar faktor rasio Daya dan Volume Distiller terhadap Yield

4.4 Interaksi Volume Distiller Dan Waktu Terhadap Yield

Secara parsial peningkatan volume distiller (A) akan meningkatkan yield demikian juga peningkatan Waktu (D). Demikian juga dengan interaksi antar faktor volume distiller (A) terhadap Waktu (D) menunjukkan nilai positif (+). Hal ini menunjukkan bahwa peningkatan volume distiller dan waktu ekstraksi akan meningkatkan persen yield ekstraksi.



Gambar 6. Respon surface contour plot (2D) dan Interaksi antar faktor rasio Volume Distiller dan Waktu terhadap Yield

4.5 Pengujian Hasil Analisis Metode *Respon Surface* melalui Eksperimen

Untuk menguji kembali persamaan model ekstraksi menggunakan metode respon surface maka dilakukan eksperimen pada volume ekstraksi dalam kapasitas yang lebih besar yaitu 9000mL. Metode pengujian dilakukan dengan membandingkan yield hasil eksperimen dan waktu ekstraksi pada kapasitas 9000mL dengan prediksi hasil perhitungan optimasi menggunakan Metode Respon Surface menggunakan *Design expert 10.0.4.1*. Perhitungan *Design expert 10.0.4.1* diatur dengan menetapkan ulang level pada tiap faktor. Nilai level ditentukan berdasarkan analisis interaksi antar faktor yang disajikan dari model dan juga hasil ekperimen sebelumnya. Penetapan nilai faktor disajikan pada tabel 4.4.

Tabel 1. Nilai batas minimal dan maksimal faktor dalam perhitungan menggunakan metode respon surface menggunakan *Design Expert 10.0.4.1*

Name	Kode	Goal	Minimal	Maksimal
Volume Distiller	A	is in range	1	3
Rasio F/S	B	is in range	16	24
Daya	C	is in range	80	100
Waktu	D	is in range	30	300
Yield		is in range	1,3	1,51

Dari perhitungan berdasarkan model yang dibuat didapatkan prediksi hasil dengan tingkat nilai kesesuaian dengan eksperimen sama dengan 1 (Desirability 1) didapatkan hasil seperti Tabel 4.5.

Tabel 2. Hasil prediksi perhitungan menggunakan metode respon surface menggunakan *Design Expert 10.0.4.1* pada rentang faktor pada yield optimum.

Volume Distiller	Rasio F/S	Daya	Waktu	Yield
2,38	23,652	80,577	187,21	1,463
1,844	19,64	87,088	159,164	1,462
1,749	19,084	85,617	164,756	1,462
2,321	19,631	97,918	269,493	1,462
2,318	16,422	93,197	148,146	1,461
2,733	17,322	94,792	207,693	1,451
2,758	18,698	94,655	205,736	1,451
2,456	22,12	84,099	163,667	1,445
2,305	22,572	97,519	188,206	1,44

Eksperimen dilakukan tiga kali pada volume distiller 9000mL dengan bahan daun serai wangi 720g (tiga kali kapasitas distiller 3000mL) dengan rasio F/S lipat rasio 0,24g/mL(24%). Ekstraksi dilakukan hingga minyak yang didapatkan tidak signifikan lagi untuk dapat diukur. Energy yang digunakan adalah setara dengan daya awal yang digunakan yaitu 100%(700W). Energy dihasilkan dari dua magnetron dengan kapasitas 100%(450W) seperti terlihat pada gambar 1. Nilai energy yang setara dilakukan dengan mengatur daya pada level high (100%) pada magnetron 2 dan level Med-High (60%) pada magnetron 1. Perbandingan hasil ekstraksi dengan perhitungan model Respon surface menggunakan Design Expert 10.0.4.1 ditampilkan pada Tabel 3.

Tabel 3. Perbandingan hasil eksperimen dengan prediksi perhitungan menggunakan metode respon surface menggunakan *Design Expert 10.0.4.1*

No	Rasio F/S		Rasio Daya (%)		Waktu (menit)		Yield (%)	
	P	A	P	A	P	$\Sigma(A)$	P	$\Sigma(A)$
1	23,652	24	80,577	100	187,21	140	1,463	1,46
2	19,64	24	87,088	100	159,164	140	1,462	1,46
3	19,084	24	85,617	100	164,756	140	1,462	1,46
4	19,631	24	97,918	100	269,493	140	1,462	1,46
5	16,422	24	93,197	100	148,146	140	1,461	1,46
6	17,322	24	94,792	100	207,693	140	1,451	1,46
7	18,698	24	94,655	100	205,736	140	1,451	1,46
8	22,12	24	84,099	100	163,667	140	1,445	1,46
9	22,572	24	97,519	100	188,206	140	1,44	1,46

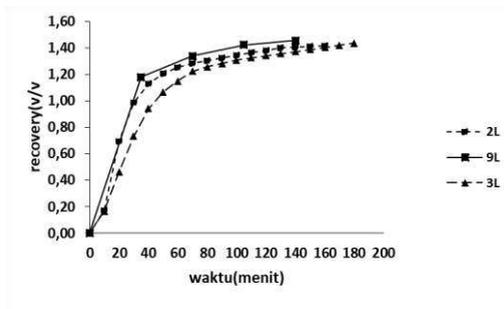
P = Nilai Prediksi, A = Nilai aktual, Σ = nilai rata-rata ukur

Hasil uji eksperimen dan perbandingan dengan model perhitungan menunjukkan bahwa dengan meningkatkan kapasitas menghasilkan yield optimum dengan nilai maksimum yield 1,46% dengan nilai kesesuaian 1. dan waktu minimum (140 menit) dengan nilai kesesuaian terhadap prediksi 75%. Tingkat kesesuaian pada faktor yang diuji terhadap yield antara prediksi terhadap aktual terlihat pada tabel 4.

Tabel 4. Tingkat kesesuaian pada faktor yang diuji terhadap yield antara prediksi menggunakan metode respon surface menggunakan *Design Expert 10.0.4.1* terhadap aktual

Prediksi	Fixed Yield	Fixed F/S	Rasio	Selisih Waktu (menit)	Tingkat Kesesuaian waktu
1	1,0	0,99		47,21	0,75
2	1,0	0,82		19,16	0,88
3	1,0	0,80		24,76	0,85

4	1,0	0,82	129,49	0,52
5	1,0	0,68	8,15	0,95
6	1,0	0,72	67,69	0,67
7	1,0	0,78	65,74	0,68
8	1,0	0,92	23,67	0,86
9	1,0	0,94	48,21	0,74



Gambar 7. Perbandingan persen recovery ekstraksi pada kapasitas bahan 240gr 360g dan 720g pada rasio F/S 0,24, pada volume distiler 2000mL.

Perbandingan persen recovery ekstraksi pada kapasitas bahan 240gr 360g dan 720g pada rasio F/S 0,24, pada volume distiler 2000mL dan 3000mL terlihat pada gambar 7. Perbandingan kecepatan ekstraksi dan persen recovery antara volume distiller 2000mL dan 9000mL dengan perbandingan rasio F/S. Dari gambar terlihat bahwa pada rasio yang sama volume distiller 2000mL dan 9000mL memiliki tren yang sama dimana hampir 80% minyak terekstrak pada menit ke 60. Kemudian hingga menit ke 140 minyak tidak dapat lagi diekstrak.

5. Kesimpulan

Hasil penelitian membuktikan bahwa volume distiller dapat ditetapkan sebagai salah satu parameter dalam MAE. Data menunjukkan bahwa Peningkatan volume destiler dan rasio bahan terhadap pelarut (F/S) pada

daya microwave 100%(700W) dapat meningkatkan yield dari 8% - 46%. Peningkatan volume destiler dan rasio bahan terhadap pelarut (F/S) pada daya microwave 80%(560W) dapat meningkatkan yield dari 5% - 19%.Peningkatan volume destiler dan rasio bahan terhadap pelarut (F/S) pada daya microwave 60%(420W) dapat meningkatkan yield dari 3% - 26%.Model matematis telah dibuat berdasarkan hasil eksperimen menghasilkan persamaan kuadrat dengan nilai signifikan kurang dari 5% (0,0003) , Mean-Std dev 1,27±0,111, R-Squared 0,88.

Pengujian terhadap model persamaan dari metode respon surface menggunakan *Design Expert 10.0.4.1* terhadap hasil ekstraksi menunjukkan kesesuaian yield dengan nilai ketepatan 1 (tinggi). Sedangkan nilai ketepatan pada faktor daya 0,75 (sedang) dan nilai ketepatan waktu ekstraksi 0,99 (tinggi).

Referensi

- [1] Bantle M, Käfer T, Eikevik TM. Model and process simulation of microwave assisted convective drying of clip fi sh. *Appl Therm Eng* 2013;59:675–82. <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2013.05.046>.
- [2] Pozar D. *Microwave Engineering Fourth Edition*. 2005. <https://doi.org/TK7876.P69> 2011.
- [3] Petigny L, Périno S, Minuti M, Visinoni F, Wajzman J, Chemat F. Simultaneous microwave extraction and separation of volatile and non-volatile organic compounds of boldo leaves. from lab to industrial scale. *Int J Mol Sci* 2014;15:7183–98. <https://doi.org/10.3390/ijms15057183>.
- [4] Chemat F, Cravotto G. Microwave-assisted Extraction for Bioactive Compounds. 2013. <https://doi.org/DOI 10.1007/978-1-4614-4830-3>.
- [5] Mahfud M, Chandra KFA, Qadariah L, Prihatini P. Distillation Assisted by Microwave for Extracting Essential Oil from Java Cananga Flowers. *Mod Appl Sci* 2015;9:199–205. <https://doi.org/10.5539/mas.v9n7p199>.
- [6] Kusuma HS, Mahfud M. Microwave-assisted hydrodistillation for extraction of essential oil from patchouli (*Pogostemon cablin*) leaves.

Period Polytech Chem Eng 2017;61:82–92.
<https://doi.org/10.3311/PPch.8676>.

- [7] Loones KTJ, Maes BUW, Rombouts G, Hostyn S, Diels G. Microwave-assisted organic synthesis: Scale-up of palladium-catalyzed aminations using single-mode and multi-mode microwave equipment. *Tetrahedron* 2005;61:10338–48. <https://doi.org/10.1016/j.tet.2005.07.105>.
- [8] Glasnov TN, Kappe CO. Microwave-assisted synthesis under continuous-flow conditions. *Macromol Rapid Commun* 2007;28:395–410. <https://doi.org/10.1002/marc.200600665>.
- [9] Nitthiyah J, Nour AH, Kantasamy R, Akindoyo JO. Microwave assisted hydrodistillation – an overview of mechanism and heating properties. *Aust J Basic Appl Sci* 2017;11:22–9.
- [10] Cherbański R. Calculation of critical efficiency factors of microwave energy conversion into heat. *Chem Eng Technol* 2011;34:2083–90. <https://doi.org/10.1002/ceat.201100405>.
- [11] Flórez N, Conde E, Domínguez H. Microwave assisted water extraction of plant compounds. *J Chem Technol Biotechnol* 2015;90:590–607. <https://doi.org/10.1002/jctb.4519>.
- [12] Gude VG, Patil P, Martinez-guerra E, Deng S. Microwave energy potential for biodiesel production 2013:1–31.
- [13] Stuerger D. Fundamental Aspects of Microwave Irradiation in Organic Chemistry. *Microwaves Org. Synth.*, 2012, p. 1–56. <https://doi.org/10.1002/9783527651313.ch1>.
- [14] Destandau E, Michel T, Elfakir C. Microwave-assisted Extraction. 2013. <https://doi.org/10.1039/9781849737579-00113>.
- [15] Nüchter M, Ondruschka B, Bonrath W, Gum A. Microwave assisted synthesis – a critical technology overview. *Green Chem* 2004;6:128–41. <https://doi.org/10.1039/B310502D>.
- [16] Veggi PC, Martinez J, Meireles MAA. Microwave-assisted Extraction for Bioactive Compounds. 2013. <https://doi.org/10.1007/978-1-4614-4830-3>.

- [17] Delazar A, Nahar L, Hamedeyazdan S, Sarker SD. Natural Products Isolation 2012;864. <https://doi.org/10.1007/978-1-61779-624-1>.
- [18] Stefanidis GD, Muñoz AN, Sturm GSJ, Stankiewicz A. A helicopter view of microwave application to chemical processes: Reactions, separations, and equipment concepts. *Rev Chem Eng* 2014;30:233–59. <https://doi.org/10.1515/revce-2013-0033>.
- [19] Moseley JD, Kappe CO. A critical assessment of the greenness and energy efficiency of microwave-assisted organic synthesis. *Green Chem* 2011;13:794. <https://doi.org/10.1039/c0gc00823k>.
- [20] Barani K, Koleini SMJ, Rezai B, Khodadadi A. The Effect of Sample Geometry and Placement of Sample on Microwave Processing of Iron Ore. *Int J Appl Phys Math* 2012;2:131–4.
- [21] Fleming MR, Janowiak JJ, Shield JE, Bauer LS, Miller DL, Hoover K. Parameters for scale-up of lethal microwave treatment to eradicate cerambycid larvae infesting solid wood packing materials 2004;54:80–4.
- [22] Masum Z, Mahfud M, Altway A. Parameter for scale-up of extraction *Cymbopogon nardus* dry leaf using microwave assisted hydro-distillation. *J Appl Eng Sci* 2019;17:126–33. <https://doi.org/10.5937/jaes17-20216>.
- [23] Masum Z, Kusuma S, Altway A, Mahfud M. On The Effect of Volume Distiler to Microwave Cavity in Extraction of *Cymbopogon nardus* Dried Leaves using Microwave Hydrodistillation n.d.:1–13.
- [24] Kaufmann B, Christen P. Recent extraction techniques for natural products: microwave-assisted extraction and pressurized solvent extraction. *Phytochem Anal* 2002;13:105–13. <https://doi.org/10.1002/pca.631>.
- [25] Costanzo S. Microwave Materials Characterization. InTech Janeza Trdine 9, 51000 Rijeka, Croatia; 2012.
- [26] Eskilsson CS, Björklund E. Analytical-scale microwave-assisted extraction. *J Chromatogr A* 2000;902:227–50. [https://doi.org/10.1016/S0021-9673\(00\)00921-3](https://doi.org/10.1016/S0021-9673(00)00921-3).

- [27] Chandra U. Microwave Heating. Petra Nenadic; 2011.
- [28] Kaufmann B, Christen P. Recent extraction techniques for natural products: Microwave-assisted extraction and pressurised solvent extraction. *Phytochem Anal* 2002;13:105–13. <https://doi.org/10.1002/pca.631>.
- [29] Camel V. Microwave-assisted solvent extraction of environmental samples. *TrAC - Trends Anal Chem* 2000;19:229–48. [https://doi.org/10.1016/S0165-9936\(99\)00185-5](https://doi.org/10.1016/S0165-9936(99)00185-5).
- [30] Reactions M, Díaz-ortiz Á. Reproducibility and scalability of Microwave-assisted reaction. *Microw Heat* 2000:137–60. <https://doi.org/10.5772/825>.
- [31] de la Hoz A, Díaz-Ortiz Á, Moreno A. Microwaves in organic synthesis. Thermal and non-thermal microwave effects. *Chem Soc Rev* 2005;34:164–78. <https://doi.org/10.1039/B411438H>.