

# Penentuan Kadar Air dan Kandungan Piperin Bubuk Lada Hitam (*Piper Nigrum* L.) Menggunakan Near Infrared Spectroscopy (NIRS)

Sutrisno Suro Mardjan<sup>1\*</sup>, Leonardo Surbakti<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Departemen Teknik Mesin dan Biosistem, Fakultas Teknologi Pertanian, IPB University

\*email korespondensi: trisno406@apps.ipb.ac.id

## Info Artikel

Diajukan: 4 Januari 2023

Diterima: 30 Mei 2023

### Keyword:

black pepper; near infrared spectroscopy; PCR; piperine; PLS

### Kata Kunci:

lada hitam; near infrared spectroscopy; PCR; piperine; PLS

## Abstract

Black pepper is one of the most widely exported spice commodities by Indonesia. The main content of black pepper is piperine which affects the spiciness of black pepper and can be used to determine the quality of black pepper. Determination of the chemical content of black pepper is still carried out by chemical methods in the laboratory which takes a long time to find out the results, the test costs are expensive due to the use of tools and chemicals and requires complicated sample preparation. The purpose of this study was to determine the water content and piperine content in black pepper using the NIRS method using the PLS (Partial Least Square) and PCR (Principal Component Regression) methods. FT-NIR Spectrometer type NIRFlex N-500 with wave length of 1000-2500 was used to measure 30 samples of black paper powder. NIRS spectrum data were pre-processed by normalization, SNV, MSC, and de-Trending methods, while the calibration methods used are PLS and PCR. The results showed that the best estimation of piperine levels was using the PLS method with the original spectrum data at a factor of 8 ( $r = 0.87$ ;  $SEC = 0.42$  %;  $SEP = 0.44$  %;  $CV = 5.79$  %;  $RPD = 1.77$  and consistency = 97.46 %), while the best estimation of the water content of black pepper was obtained using the PCR method with spectrum data using normalization pretreatment at a factor of 15 ( $r = 0.85$ ;  $SEC = 0.32$  %;  $SEP = 0.29$  %;  $CV = 2.79$  %;  $RPD = 1.90$  and consistency = 108.96 %).

## Abstrak

Lada hitam merupakan salah satu komoditas rempah yang paling banyak diekspor oleh Indonesia. Kandungan utama lada hitam adalah piperin yang mempengaruhi tingkat kepedasan lada hitam dan dapat digunakan untuk menentukan kualitas lada hitam. Penentuan kandungan kimia lada hitam masih dilakukan dengan cara kimia di laboratorium yang membutuhkan waktu lama untuk mengetahui hasilnya, biaya pengujian yang mahal karena penggunaan alat dan bahan kimia, serta memerlukan penyiapan sampel yang rumit. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui kadar air dan kandungan piperine pada lada hitam dengan menggunakan metode NIRS menerapkan metode PLS (Partial Least Square) dan PCR (Principal Component Regression). FT-NIR Spectrometer tipe NIRFlex N-500 dengan rentang panjang gelombang 1000-2500 digunakan untuk mengukur 30 sample bubuk lada hitam. Data spektrum NIRS diproses terlebih dahulu dengan metode normalisasi, SNV, MSC, dan de-Trending, sedangkan metode kalibrasi yang digunakan adalah PLS dan PCR. Hasil penelitian menunjukkan bahwa pendugaan kadar piperin terbaik menggunakan metode PLS dengan data spektrum asli pada faktor 8 ( $r = 0,87$ ;  $SEC = 0,42$  %;  $SEP = 0,44$  %;  $CV = 5,79$  %;  $RPD = 1,77$  dan konsistensi = 97,46 %), sedangkan pendugaan kadar air lada hitam terbaik diperoleh dengan metode PCR dengan data spektrum menggunakan normalisasi pretreatment pada faktor 15 ( $r = 0,85$ ;  $SEC = 0,32$  %;  $SEP = 0,29$  %;  $CV = 2,79$  %,  $RPD = 1,90$  dan konsistensi = 108,96 %).

## 1. Pendahuluan

Lada (*Piper nigrum* L.) secara luas tumbuh di negara beriklim tropis dengan kelembaban yang cukup. Buah lada dikenal memiliki rasa yang pedas dan beraroma khas yang kuat (Shamina 2001), dan pada umumnya dapat diproses menjadi lada hitam dan lada putih. Indonesia termasuk dalam salah satu produsen lada di dunia, dimana total produksi lada nasional mencapai 89,9 ribu ton (BPS 2020). Dari 34 provinsi di Indonesia, provinsi Lampung merupakan produsen lada hitam sebesar 15.412 ton pada tahun 2020. Lada hitam dan lada putih adalah dua jenis lada yang paling dikenal dalam dunia perdagangan dan merupakan produk ekspor unggulan Indonesia.

Kandungan utama dari lada hitam adalah piperin, yaitu senyawa identitas yang mempengaruhi tingkat rasa pedas lada dan digunakan sebagai salah satu parameter mutu lada hitam. Penentuan kandungan kimia lada hitam masih dilakukan dengan metode kimia di laboratorium yang membutuhkan waktu yang lama untuk mengetahui hasilnya, biaya uji yang mahal karena penggunaan alat dan bahan kimia, serta butuh persiapan sampel yang rumit. Karena jumlah produksi lada hitam yang sangat besar, baik untuk konsumsi domestik maupun ekspor, perlu dikembangkan metode untuk menentukan kandungan kimia lada yang cepat dan akurat, salah satunya adalah metode NIRS yang berpotensi menggantikan teknologi konvensional. Pengukuran senyawa piperin dapat dilakukan pada biji atau bubuk, dan pada penelitian ini menggunakan bubuk lada, karena bentuk produk bubuk ini yang banyak tersedia dan mudah ditemukan di masyarakat karena produknya siap untuk digunakan (*ready to use*). Selain NIRS, kuantifikasi piperine juga bisa dilakukan dengan metoda terkini, misalnya UV-Vis dan Raman spectroscopy.

Metode NIRS dipilih karena berpotensi besar untuk diterapkan dalam memprediksi secara cepat dan akurat sehingga dapat menjadi suatu sistem evaluasi kualitas pada produk pertanian. Penelitian tentang penerapan NIR *Spectrometer* untuk penentuan kandungan kimia produk pertanian telah banyak dilakukan, misalnya penentuan kadar piperin lada putih (Athfiah et al, 2020), serta hal yang sama untuk lada hitam (Park et al, 2020), namun penggunaan NIR *Spectrometer* secara spesifik terhadap bubuk lada hitam masih perlu penelitian lebih mendalam. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk menganalisis metode pengukuran kadar air dan kandungan piperine pada lada hitam dengan menggunakan metode NIRS dengan penerapan metode PLS (*Partial Least Square*) dan PCR (*Principal Component Regression*).

## 2. Metode Penelitian

### 2.1 Alat dan Bahan

Bahan utama yang digunakan pada penelitian ini adalah lada hitam yang berasal dari Provinsi Lampung. Jumlah sampel yang digunakan dalam penelitian sebanyak 30 sampel dengan berat 210 gram per sampel. Sampel tersebut digunakan untuk pengukuran kadar air dan piperin dengan dua metoda, yaitu untuk uji atau pengukuran spektra, serta untuk uji kimia. Seluruh sampel lada dilakukan pengecilan ukuran dengan *disk mill* dan klasifikasi ukuran dengan ayakan 80 mesh. Alat utama yang digunakan adalah FT-NIR Spektrometer tipe NIRFlex N-500 dengan rentang panjang gelombang 1000 – 2500 nm, sedangkan alat untuk pengukuran kadar air adalah oven, desikator,

timbangan analitik dan cawan, sedangkan penentuan kadar piperin menggunakan spektrofotometer UV. Selain itu, *software* yang digunakan adalah the Unscrambler X 10.4 untuk pendugaan kandungan kimia lada hitam yang berupa gelombang spektrum bubuk lada hitam, sedangkan Microsoft Excel digunakan untuk perhitungan nilai-nilai parameter statistik yang digunakan pada penelitian ini.

## 2.2 Prosedur

Penelitian dimulai dengan mempersiapkan 30 sampel dengan berat masing-masing 210 gram. Sebanyak 30 gram sampel bubuk lada hitam diletakkan dalam cawan petri untuk pengukuran reflektan dengan alat FT-NIR Spektrometer dengan rentang panjang gelombang 1000 - 2500 nm, kecepatan pengambilan data 3 *scan/s* dan suhu pengoperasian alat 22 – 25 °C (suhu ruang berpendingin). Sampel dipindai sebanyak 3 kali pada posisi yang berbeda. Pengukuran kedua, yaitu penentuan kadar air bubuk lada hitam menggunakan metode oven, sedangkan pengukuran terakhir, yaitu penentuan kadar piperin menggunakan spektrofotometer UV. Setelah semua data spektra diperoleh, maka dilakukan pengolahan data menggunakan aplikasi the Unscrambler X 10.4 dengan metode *Partial Least Square* (PLS) dan *Principal Component Regression* (PCR). Pendugaan kandungan piperin dan kadar air lada hitam ini menggunakan total 90 data yang dibagi menjadi set kalibrasi sebanyak 60 data dan set validasi sebanyak 30 data. Hasil pengukuran kandungan piperin dengan alat spektrofotometer UV digunakan sebagai referensi dalam membuat model prediksi penentuan kandungan kimia. Model prediksi dibuat dengan mengkorelasikan data spektra bahan yang didapat dari NIR *spectrometer* dengan data referensi (data uji kimia).

Sebelum membangun kalibrasi dengan hasil uji kimia sebagai referensi, terlebih dahulu dilakukan proses pengolahan data spectra lada hitam. Pengolahan data NIRS bertujuan untuk menurunkan *noise* dan interferensi gelombang agar model yang diperoleh lebih tepat dan akurat. Pra-pengolahan data NIRS menggunakan Normalisasi, *Multiple Scatter Correction* (MSC), *Standard Normal Variate* (SNV), dan *De-trending*. Performa hasil kalibrasi dan validasi dievaluasi dengan membandingkan hasil piperin dan kadar air prediksi dengan hasil uji kimia. Beberapa parameter yang digunakan untuk menentukan evaluasi hasil kalibrasi adalah Koefisien Korelasi ( $r$ ), Koefisien Determinasi ( $R^2$ ), *Standard Error Calibration* (SEC), *Standard Error Prediction* (SEP), *Coefficient of Variation* (CV), *Residual Predictive Deviation* (RPD) dan Konsistensi (Andasuryani *et al.* 2013).

## 3. Hasil dan Pembahasan

### 3.1 Kandungan Air dan Piperin Bubuk Lada Hitam

Nilai sebaran data hasil uji dengan metode kimia (kadar piperin menggunakan spektrofotometer UV dan kadar air menggunakan metode oven) yang dijadikan sebagai referensi dapat dilihat pada Tabel 1.

Hasil uji secara destruktif menunjukkan bahwa nilai kadar air berkisar antara 9,70% sampai 11,67% dengan rata-rata sebesar 10,68%. Berdasarkan hasil tersebut, kadar air dari bubuk lada hitam sudah memenuhi standar SNI lada hitam, yaitu <12%, dimana standar deviasi yang kecil menunjukkan bahwa sebaran data kadar air kecil. Sedangkan nilai kadar piperin berkisar antara 5,76% sampai 9,46%

dengan rata-rata sebesar 7,61%. Hasil uji piperin tersebut sesuai dengan penjelasan Riski dan Munandar (2003), yang menyebutkan bahwa kadar piperin lada hitam berkisar antara 5-9%.

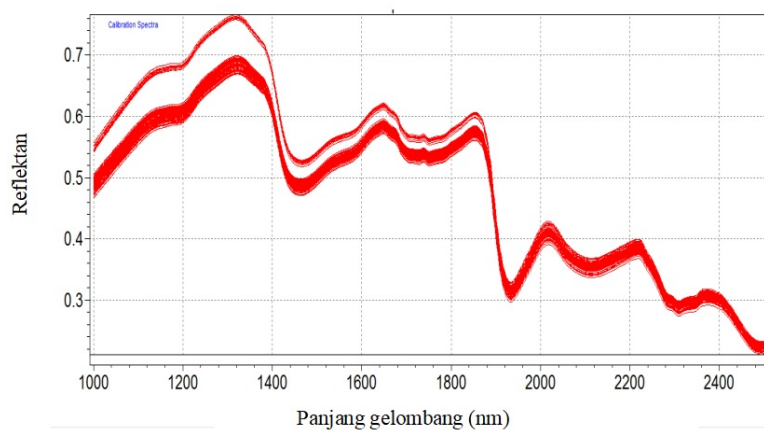
**Tabel 1.** Nilai sebaran data kandungan kimia bubuk lada hitam

Parameter	Minimum (%)	Maksimum (%)	Rata-rata (%)	Standar Deviasi (%)
Piperin	5,76	9,46	7,61	0,77
Kadar Air	9,70	11,67	10,68	0,55

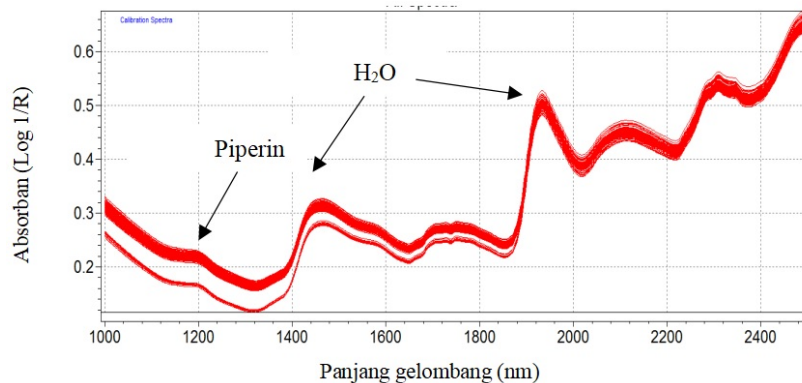
### 3.2 Analisis Spektrum NIR Piperin dan Kadar Air Lada Hitam

Spektrum yang diperoleh dalam bentuk data spektrum reflektansi dapat dilihat pada Gambar 1. Data reflektansi yang didapat dari pengukuran tidak bisa langsung digunakan untuk menduga jumlah energi yang diserap oleh sampel lada hitam, sehingga diperlukan data dalam bentuk spektrum absorbansi. Data spektrum absorbansi dapat diperoleh dengan mengubah nilai data spektrum reflektansi kedalam bentuk  $\log(1/R)$  yang dapat dilakukan karena adanya hubungan linier antara komposisi kimia suatu bahan dengan data spektrum absorbansi. Data spektrum absorbansi yang dihasilkan memiliki puncak dan lembah karena adanya pengaruh dari kandungan kimia dan sifat fisik suatu bahan (Blanco *et al.* 2002). Ketinggian puncak dalam data spektrum absorbansi menggambarkan jumlah kandungan kimia dalam suatu bahan, dimana semakin tinggi suatu puncak, semakin tinggi juga kandungan kimianya. Setiap puncak tersebut menggambarkan informasi kandungan kimia yang berbeda-beda (Osborne *et al.* 1993).

Hasil spektrum absorbansi dari 30 sampel lada hitam ditunjukkan pada Gambar 2, dimana tinggi atau rendahnya konsentrasi kandungan kimia pada suatu bahan digambarkan oleh ketinggian puncak, bukan oleh lembah seperti pada grafik spektrum reflektansi.



**Gambar 1.** Spektrum reflektansi bubuk lada hitam



**Gambar 2.** Spektrum absorbansi bubuk lada hitam

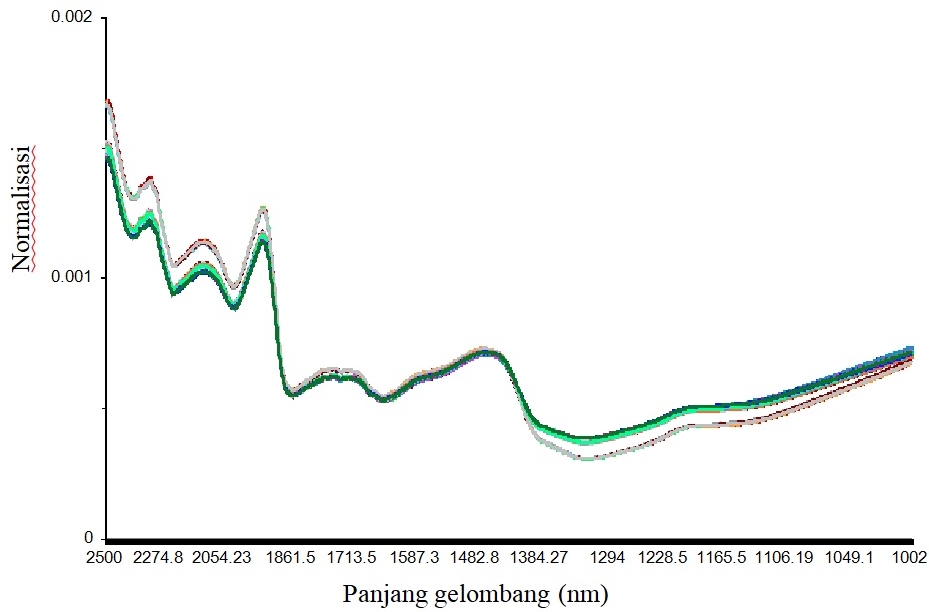
Puncak penyerapan pada bubuk lada hitam yang mengandung piperin berada pada panjang gelombang 1185-1225 nm, sementara panjang gelombang 1425-1485 nm dan 1910-1960 nm mengandung informasi kandungan air, dan panjang gelombang 2080-2130 nm mengandung informasi karbohidrat, sedangkan panjang gelombang 2280-2320 nm mengandung informasi kandungan minyak. Pada penelitian ini dapat dilihat puncak penyerapan piperin terjadi pada panjang gelombang 1200 nm, sedangkan puncak penyerapan air terjadi pada panjang gelombang 1460 nm dan 1925 nm (Athfiah et al. 2020; Park et al. 2020).

### 3.3 Pengaruh Prapengolahan pada Data Spektrum NIR

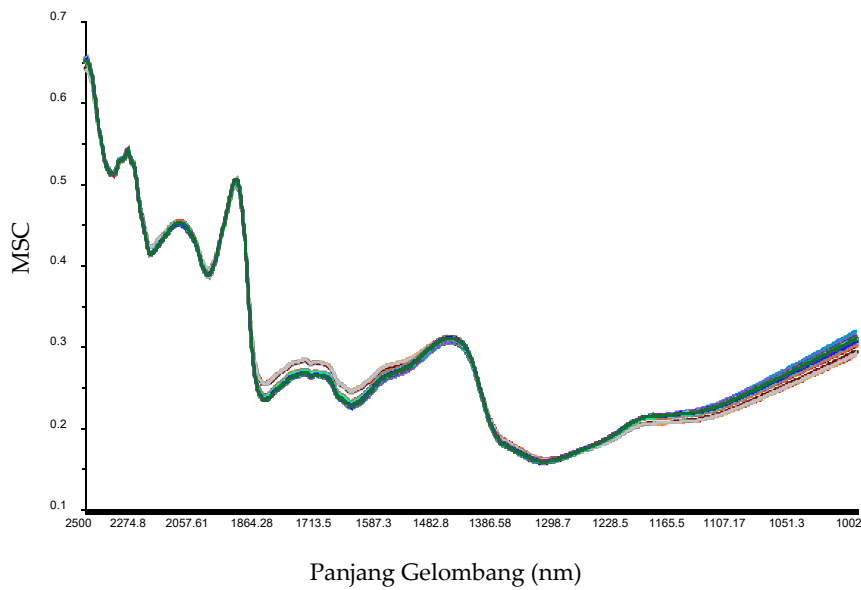
Spektrum absorbansi hasil transformasi dari spektrum reflektansi perlu dikenakan prapengolahan untuk mengurangi masalah yang berhubungan dengan hamburan radiasi yang diakibatkan adanya spektra yang saling tumpang tindih, serta dapat mempengaruhi kualitas spektra yang dihasilkan. Menurut Purwanto *et al.* (2015), beberapa gangguan yang timbul, seperti adanya *baseline shift* yang dapat terjadi karena dalam spektra masih terdapat informasi *background* dan *noise*. Penggunaan prapengolahan sebelum kalibrasi dapat memperkecil gangguan yang terkandung dalam spektra NIR, serta dapat menghasilkan nilai akurasi yang lebih baik. Prapengolahan pada data spektrum yang digunakan pada penelitian ini adalah Normalisasi, MSC, SNV, dan *De-trending*.

Gambar 3 adalah hasil prapengolahan data spektrum menggunakan Normalisasi, dimana terlihat memiliki bentuk spektrum NIR yang mirip dengan spektrum originalnya, namun memiliki *range* spektrum yang lebih kecil, yaitu antara 0 - 0,002. Prapengolahan dengan normalisasi menyebabkan pengurangan akibat adanya perbedaan ukuran partikel serta penyusutan nilai reflektansi menjadi mendekati rata-rata dan lebih kecil dari nilai reflektansi original (William dan Norris 1990).

Prapengolahan data NIR dengan MSC pada Gambar 4 berfungsi untuk mengoreksi setiap spektrum menggunakan persamaan linier, sehingga menemukan kecocokan yang semirip mungkin dengan spektrum standar yang menjadi rata-rata dari spektrum. Prapengolahan MSC menghasilkan bentuk spektrum yang mirip dengan spektrum original, namun menghasilkan rentang spektrum yang lebih kecil, yaitu 0,1-0,7. MSC akan menghilangkan pengaruh interferensi multiplikatif yang diakibatkan adanya perbedaan ukuran partikel, hamburan, dan jarak antar bahan/rongga udara (Zulfahrizal *et al.* 2014).



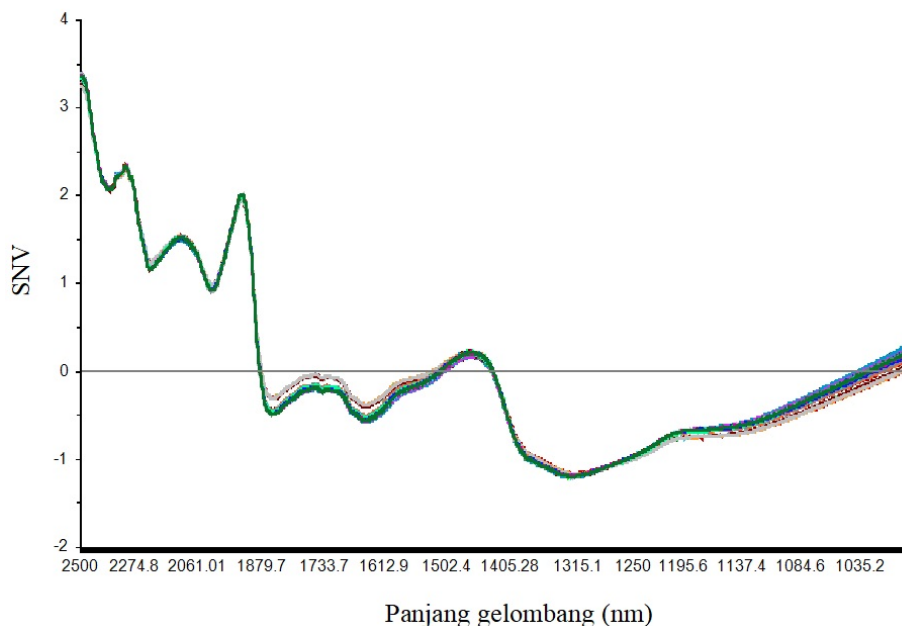
**Gambar 3.** Spektrum prapengolahan dengan normalisasi



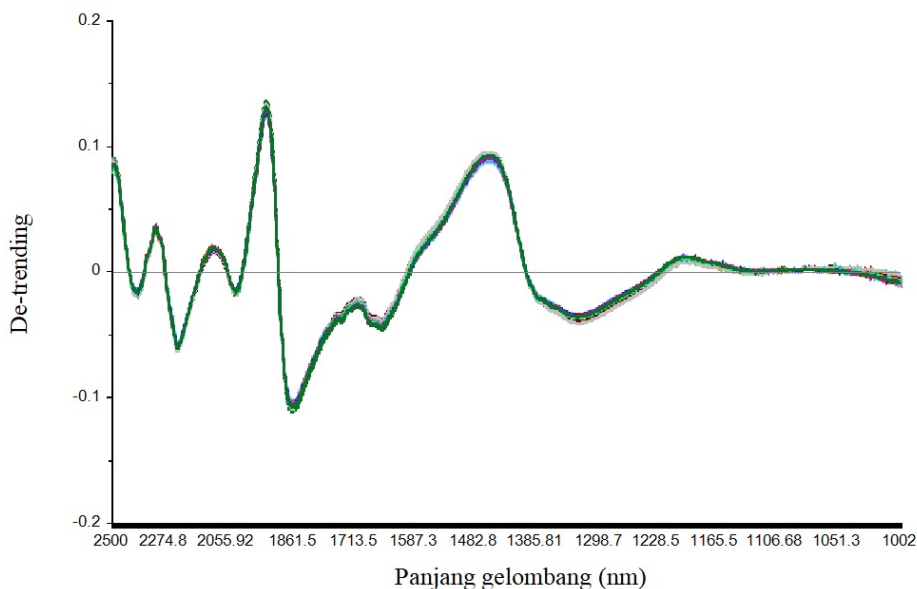
**Gambar 4.** Spektrum prapengolahan dengan MSC

Gambar 5 adalah hasil prapengolahan data spektrum menggunakan SNV, dimana terlihat memiliki bentuk spektrum yang mirip dengan spektrum original, namun rentang nilai spektrumnya lebih lebar dibandingkan nilai spektrum original, yaitu antara -2 sampai 3,5 karena adanya upaya untuk mengubah efek multiplikasi serta garis dasar agar akurasi dalam pendugaan data menjadi meningkat (Andasuryani *et al.* 2013).





**Gambar 5.** Spektrum prapengolahan dengan SNV



**Gambar 6.** Spektrum prapengolahan dengan *de-trending polynomial order 2*

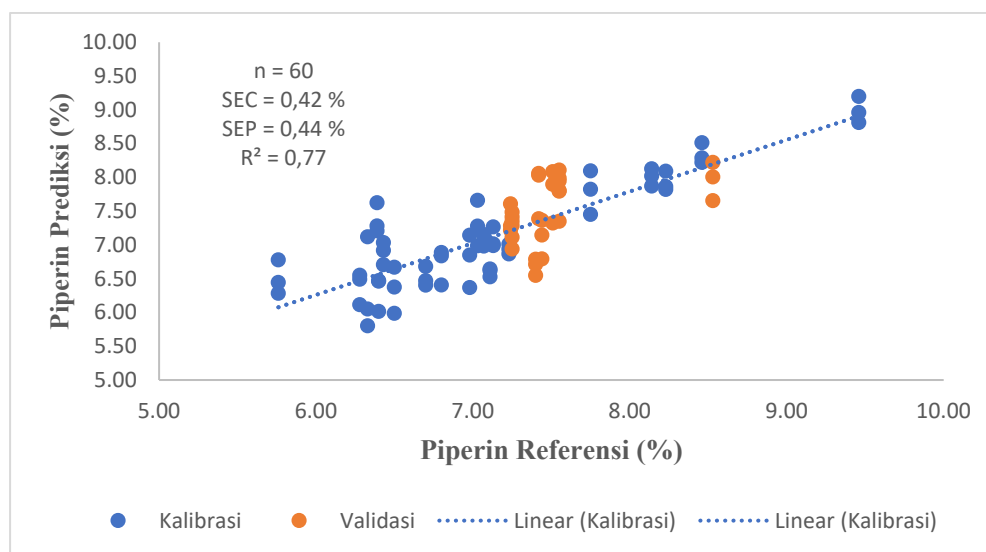
Prapengolahan data NIR menggunakan *de-trending* paling baik menggunakan *polynomial order 2* karena menghasilkan model yang paling baik dibandingkan dengan *polynomial order 1* atau *3*, berdasarkan kriteria spektra yang memiliki bentuk puncak dan lembah yang jelas (Gambar 6). Prapengolahan *de-trending* bekerja dengan cara menghapus tren non-linier dan memperkecil rentang nilai spektrum sehingga menghasilkan lembah dan puncak yang lebih jelas pada pola spektrum (Cen dan He 2007). Nilai rentang spektrum dengan prapengolahan *de-trending* akan menjadi lebih kecil dari spektrum original, yaitu antara -0,15 sampai 0,15.

**3.4 Hasil Kalibrasi dan Validasi Metode *Partial Least Square* (PLS)**

Hasil analisis model kalibrasi dan validasi menggunakan metode PLS untuk kadar piperin dapat dilihat pada Tabel 2. Berdasarkan tabel tersebut, hasil kalibrasi terbaik untuk pendugaan kandungan piperin dengan metode PLS didapatkan dengan menggunakan spektrum original yang tidak dilakukan prapengolahan pada faktor 8. Nilai koefisien korelasi (r) untuk pendugaan kadar piperin sebesar 0,87 yang berarti sudah kuat. Nilai SEC dan SEP berturut-turut 0,42 % dan 0,44 % sudah mendekati 0. Nilai CV sebesar 5,79 %, Konsistensi sebesar 97,46 % dan nilai RPD sebesar 1,77. Nilai RPD diatas 1,5 menunjukkan bahwa akurasi model yang dihasilkan sudah cukup baik (Rosita *et al.* 2016; Athfiah *et al.* 2020). Model yang didapat dengan metode PLS untuk pendugaan kadar piperin ini berdasarkan parameter-parameter baku yang sudah didapatkan tersebut menghasilkan model yang cukup baik. Gambar 7 menunjukkan grafik hasil prediksi NIR dengan referensi yang sebagian besar mendekati garis linier.

**Tabel 2.** Hasil kalibrasi dan validasi kandungan piperin dengan metode PLS

Pra-perlakuan	Faktor	Set Kalibrasi (n=60)			Set Validasi (n=30)		
		r	SEC (%)	SEP (%)	CV (%)	RPD	Konsistensi (%)
<b>Original</b>	<b>8</b>	<b>0,87</b>	<b>0,42</b>	<b>0,44</b>	<b>5,79</b>	<b>1,77</b>	<b>97,46</b>
Normalisasi	7	0,84	0,47	0,51	7,63	1,53	92,79
De-trending	6	0,90	0,39	0,45	6,02	1,71	85,29
SNV	5	0,81	0,50	0,49	6,81	1,57	101,12
MSC	5	0,82	0,49	0,49	6,84	1,56	99,23

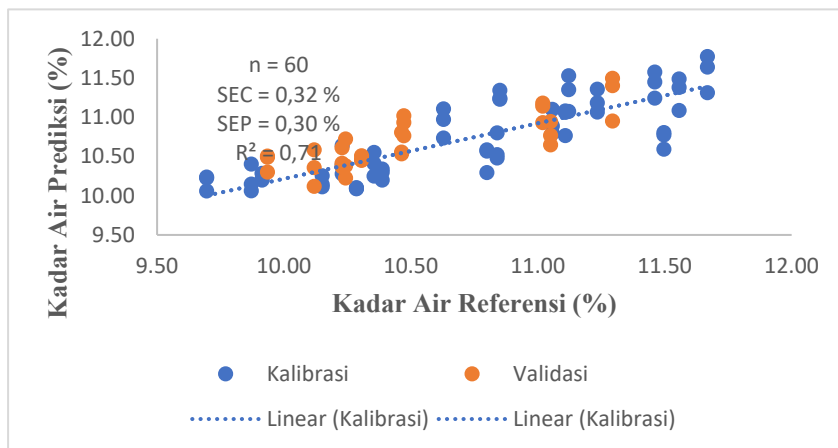


**Gambar 7.** Grafik hasil prediksi NIR dengan referensi untuk piperin metode PLS



Data kimia kadar air hasil uji digunakan sebagai data referensi sedangkan spektrum NIR setiap sampel digunakan sebagai data prediksi. Hasil analisis model kalibrasi dan validasi menggunakan metode PLS dapat dilihat pada Tabel 3.

Berdasarkan Tabel 3, model kalibrasi terbaik untuk pendugaan kadar air dengan metode PLS didapatkan dengan menggunakan spektrum original yang tidak dilakukan prapengolahan pada faktor 7. Nilai koefisien korelasi ( $r$ ) untuk pendugaan kadar air sebesar 0,84 yang berarti korelasinya sudah kuat. Nilai SEC dan SEP berturut-turut 0,32 % dan 0,30 % sudah mendekati 0. Nilai CV sebesar 2,88 %, nilai Konsistensi sebesar 104,99 % dan nilai RPD sebesar 1,83. Model prediksi yang baik diharapkan dapat memiliki nilai SEC yang lebih kecil dari nilai SEP, namun masih dapat dipakai jika masuk dalam batas toleransi, dimana menurut Buchi (2013) yang menyebutkan bahwa nilai konsistensi berkisar antara 80 – 110 %. Nilai RPD diatas 1,5 menunjukkan bahwa akurasi model yang dihasilkan sudah cukup baik (Rosita *et al.* 2016). Model yang didapat dengan metode PLS untuk pendugaan kadar air ini berdasarkan parameter-parameter baku yang sudah didapatkan tersebut menghasilkan model yang cukup baik. Gambar 8 menunjukkan grafik hasil prediksi NIR dengan referensi yang sebagian besar mendekati garis linier.



**Gambar 8.** Grafik hasil prediksi NIR dengan referensi untuk kadar air metode PLS

**Tabel 3.** Hasil kalibrasi dan validasi kandungan kadar air dengan metode PLS

Pra-perlakuan	Faktor	Set Kalibrasi (n=60)			Set Validasi (n=30)		
		r	SEC (%)	SEP (%)	CV (%)	RPD	Konsistensi (%)
<b>Original</b>	<b>7</b>	<b>0,84</b>	<b>0,32</b>	<b>0,30</b>	<b>2,88</b>	<b>1,83</b>	<b>104,99</b>
Normalisasi	6	0,87	0,29	0,32	3,03	1,71	90,43
De-trending	5	0,79	0,33	0,35	3,25	1,59	96,42
SNV	4	0,79	0,36	0,34	3,19	1,63	107,17
MSC	4	0,79	0,36	0,34	3,18	1,63	107,52

Pada Gambar 7 dan 8 dapat dilihat sebaran data metode PLS untuk memprediksi kandungan piperin telah merata sehingga modelnya cukup akurat, namun perlu penambahan sampel agar dapat menaikkan akurasi model agar dapat digunakan sebagai model prediksi. Pada prediksi kandungan kadar air terlihat bahwa datanya masih banyak yang menyebar dari garis regresi sehingga distribusinya tidak merata. Hal tersebut dapat terjadi karena data kadar air memiliki variasi yang tinggi namun jumlah sampel yang digunakan masih kurang sehingga masih terjadi penyebaran data dari garis regresi.

3.5 Hasil Kalibrasi dan Validasi Metode *Principal Component Regression* (PCR)

Hasil analisis model kalibrasi dan validasi menggunakan metode PCR untuk kadar piperin dapat dilihat pada Tabel 4.

**Tabel 4.** Hasil kalibrasi dan validasi kandungan piperin dengan metode PCR

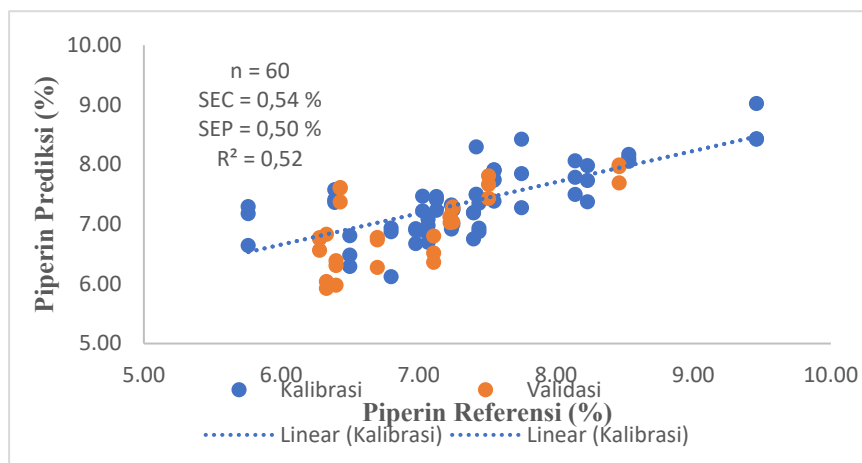
Pra-perlakuan	Faktor	Set Kalibrasi (n=60)			Set Validasi (n=30)		
		r	SEC (%)	SEP (%)	CV (%)	RPD	Konsistensi (%)
<b>Original</b>	<b>15</b>	<b>0,72</b>	<b>0,54</b>	<b>0,50</b>	<b>7,12</b>	<b>1,56</b>	<b>109,10</b>
De-trending	14	0,76	0,51	0,51	7,33	1,51	99,97
Normalisasi	14	0,75	0,58	0,51	6,76	1,52	113,43
MSC	15	0,81	0,50	0,44	5,92	1,66	112,72
SNV	14	0,77	0,56	0,50	6,71	1,53	111,84

Berdasarkan Tabel 4, model kalibrasi terbaik untuk pendugaan kadar piperin dengan metode PCR didapatkan dengan menggunakan spektrum data original tanpa prapengolahan dengan faktor 15. Nilai koefisien korelasi (r) untuk pendugaan kadar piperin sebesar 0,72 yang berarti korelasinya sudah cukup kuat. Nilai SEC dan SEP berturut-turut 0,54 % dan 0,50 % sudah mendekati 0. Nilai CV sebesar 7,12 %, RPD sebesar 1,56, dan konsistensi sebesar 109,10 %. Nilai konsistensi yang lebih dari 100 % menunjukkan bahwa nilai SEC lebih besar dari SEP. Model prediksi yang baik diharapkan dapat memiliki nilai SEC yang lebih kecil dari nilai SEP, namun masih dapat dipakai jika masuk dalam batas toleransi menurut Buchi (2013) yang menyebutkan bahwa nilai konsistensi berkisar antara 80 – 110 %. Nilai RPD diatas 1,5 menunjukkan bahwa akurasi model yang dihasilkan sudah cukup baik.

Berdasarkan Tabel 4 terlihat bahwa model kalibrasi dengan nilai RPD terbaik didapat dengan menggunakan spektrum dengan proses prapengolahan MSC, namun parameter konsistensi tidak memenuhi nilai parameter acuan sehingga model kalibrasi tersebut tidak dapat dipakai. Gambar 9 menunjukkan grafik hasil prediksi NIR dengan referensi yang sebagian besar mendekati garis linier.

Data kimia kadar air hasil uji digunakan sebagai data referensi sedangkan spektrum NIR setiap sampel digunakan sebagai data prediksi. Hasil analisis model kalibrasi dan validasi menggunakan metode PCR dapat dilihat pada Tabel 5.

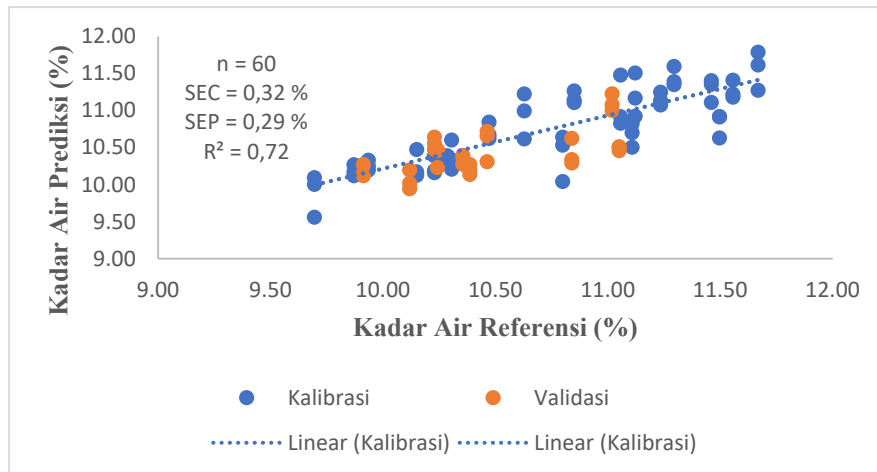
Berdasarkan Tabel 5, model kalibrasi terbaik untuk pendugaan kadar air dengan metode PCR didapatkan dengan menggunakan spektrum dengan proses prapengolahan normalisasi dengan faktor 15. Nilai koefisien korelasi ( $r$ ) untuk pendugaan kadar piperin sebesar 0,85 yang berarti korelasinya sudah kuat. Nilai SEC dan SEP berturut-turut 0,32 % dan 0,29 % sudah mendekati 0. Nilai CV sebesar 2,79 %, nilai konsistensi sebesar 108,96 % dan nilai RPD sebesar 1,90. Model prediksi yang baik diharapkan dapat memiliki nilai SEC yang lebih kecil dari nilai SEP, namun masih dapat dipakai jika masuk dalam batas toleransi menurut Buchi (2013) yang menyebutkan bahwa nilai konsistensi berkisar antara 80 – 110 %. Nilai RPD diatas 1,5 menunjukkan bahwa akurasi model yang dihasilkan sudah cukup baik (Rosita *et al.* 2016). Model yang didapat dengan metode PCR untuk pendugaan kadar air ini berdasarkan parameter-parameter baku yang sudah didapatkan tersebut menghasilkan model yang cukup baik. Hasil prediksi kandungan air yang sama baiknya antara prapengolahan normalisasi dan MSC seperti pada Tabel 5 menunjukkan bahwa prediksi kandungan air pada bubuk lada hitam menggunakan NIR tidak terlalu dipengaruhi oleh adanya efek hamburan (*scattering*), sehingga hasil akurasi dengan jenis prapengolahan normalisasi menghasilkan nilai parameter model yang lebih baik. Gambar 10 menunjukkan grafik hasil prediksi NIR dengan referensi yang sebagian besar mendekati garis linier.



**Gambar 9.** Grafik hasil prediksi NIR dengan referensi untuk piperin metode PCR

**Tabel 5.** Hasil kalibrasi dan validasi kandungan kadar air dengan metode PCR

Pra-perlakuan	Fakto r	Set Kalibrasi (n=60)			Set Validasi (n=30)		
		r	SEC (%)	SEP (%)	CV (%)	RPD	Konsistensi (%)
Original	15	0,84	0,32	0,31	2,92	1,81	105,42
De-trending	14	0,84	0,33	0,30	2,86	1,75	109,29
<b>Normalisasi</b>	<b>15</b>	<b>0,85</b>	<b>0,32</b>	<b>0,29</b>	<b>2,79</b>	<b>1,90</b>	<b>108,96</b>
MSC	14	0,84	0,32	0,30	2,84	1,86	109,04
SNV	13	0,84	0,32	0,31	2,94	1,80	105,28



**Gambar 10.** Grafik hasil prediksi NIR dengan referensi untuk kadar air metode PCR

Pada Gambar 9 dan 10 dapat dilihat sebaran data metode PCR untuk memprediksi kandungan piperin masih kurang akurat jika dibandingkan dengan metode PLS sehingga tidak dapat digunakan sebagai model prediksi. Pada model prediksi kandungan kadar air dengan metode PCR lebih baik dari model prediksi menggunakan metode PLS, namun dengan jumlah faktor yang lebih banyak. Terlihat juga pada Gambar 10 bahwa model ini dapat memprediksi dengan baik pada kadar air antara 9,5 – 10,5 %, sedangkan kurang baik jika lebih dari 10,5 %. Hal ini dapat disebabkan oleh distribusi data kalibrasi dan validasi yang belum merata, serta variasi data yang tinggi pada kadar air lada hitam sehingga diperlukan penambahan sampel untuk membuat akurasi model meningkat.

### 3.6 Perbandingan Hasil Kalibrasi dan Validasi Metode *Principal Component Regression* (PCR) dan *Partial Least Square* (PLS)

Model kalibrasi dan validasi untuk pendugaan kadar piperin dan kadar air menggunakan metode PLS maupun PCR sama-sama menghasilkan model yang sudah cukup baik untuk digunakan karena sudah memenuhi parameter-parameter acuan baku. Metode PLS dan PCR memberikan nilai r dan RPD yang cukup baik, namun masih kasar. Nilai RPD antara 1,5 - 1,9 menunjukkan prediksi yang masih kasar (Budiastra dan Sutrisno 2016). Nilai parameter SEC dan SEP yang didapat sudah baik karena mendekati 0, sedangkan nilai CV yang didapat juga sudah baik karena lebih kecil dari 20 %.

Pengolahan data spektrum secara keseluruhan telah dilakukan baik dengan metode PLS dan PCR. Dapat dilihat bahwa keseluruhan hasil pengolahan spektrum menggunakan data original sudah layak dan memenuhi parameter-parameter acuan yang telah ditetapkan. Hal ini menunjukkan bahwa praperlakuan pada data spektrum tidak perlu dilakukan karena hasil dengan data original sudah baik. Proses praperlakuan data seharusnya akan membuat jumlah factor, baik pada metode PLS atau PCR berkurang serta mendapatkan hasil yang lebih baik dari data spektrum original. Prapengolahan data diperlukan saat data original yang diperoleh tidak memenuhi parameter-parameter acuan. Prapengolahan data mungkin juga dapat menekan informasi yang terkandung dalam spektrum (Buddendum dan Steffens 2012). Pada penelitian ini dilakukan prapengolahan data untuk membandingkan kedua metode dengan nilai akurasi yang paling tinggi.

#### 4. Kesimpulan

Penelitian yang dilakukan menunjukkan bahwa metode *Near Infrared Spectroscopy* (NIRS) dapat digunakan untuk pendugaan kandungan piperin dan kadar air pada bubuk lada hitam. Pendugaan kadar piperin lada hitam terbaik didapat dengan menggunakan metode PLS dengan data spektrum original pada faktor 8 ( $r = 0,87$ ;  $SEC = 0,42\%$ ;  $SEP = 0,44\%$ ;  $CV = 5,79\%$ ;  $RPD = 1,77$  dan konsistensi =  $97,46\%$ ), sedangkan pendugaan kadar air lada hitam terbaik didapat dengan menggunakan metode PCR dengan data spektrum menggunakan prapengolahan normalisasi pada faktor 15 ( $r = 0,85$ ;  $SEC = 0,32\%$ ;  $SEP = 0,29\%$ ;  $CV = 2,79\%$ ;  $RPD = 1,90$  dan konsistensi =  $108,96\%$ ).

#### 5. Daftar Pustaka

- [BPS] Badan Pusat Statistik. 2020. Produksi lada menurut provinsi di Indonesia 2017-2021. Jakarta (ID): Badan Pusat Statistik.
- Andasuryani A, Purwanto YA, Budiastira IW, Syamsu K. 2013. Determination of catechin as main bioactive component of gambir (*Uncaria gambir* Roxb) by FT-NIR Spectroscopy. *J Medical Plant Research*.7(41): 3076-3080.
- Athfiah SN, Budiastira IW, Sutrisno, Purwanto YA. 2020. Prediction of Piperine content in white pepper by NIR spectroscopy using Partial Least Square (PLS) method. *Proceeding of IOP Conf. Series: Earth and Environmental Science* 542.
- Blanco M, Villarroya I. 2002. NIR Spectroscopy: a rapid-response analytical tool. *Trend in Analytical Chemistry*. 21:240-250.
- Buchi. 2005. *Operation Manual NIRLab N-200*. Thailand (TH): Buchi ASEAN Competence Center.
- Buchi. 2013. *Operation Manual NIRCal 5.5*. Flawil (CH): Buchi Labortechnik AG.
- Buddenbaum H, Steffens M. 2012. The effects of spectral pre-treatment on chemometrics analyses of soil profiles using laboratory imaging spectroscopy. *J Applied and Environmental Soil Science*. 1-12.
- Budiastira IW, Sutrisno. 2016. Pengembangan model penentuan mutu kimia biji kopi arabika yang cepat dan efisien dengan near infrared reflectance spectroscopy (NIRS) untuk peningkatan mutu dan daya saing kopi Indonesia. *Penelitian Strategis Nasional*. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Cen H, He Y. 2007. Theory and application of near infrared reflectance spectroscopy in determination of food quality. *Trends in Food Science & Technology*. 18(2): 72-83. Doi: 10.1016/j.tifs.2006.09.003.
- Osborne BG, Fearn T, Hindle PH. 1993. *Practical NIR Spectroscopy with Application in Food and Beverage Analysis*. *Powder Technol*. Singapore (SN): Longman Singapore Publisher (Pte) Ltd.
- Park JK, Kang HH, Cho JK, Moon KD and Kim YJ. 2020. Application of Non-Destructive Rapid Determination of Piperine in *Piper nigrum* L. (Black Pepper) Using NIR and Multivariate Statistical Analysis: A Promising Quality Control Tool. *Journal of Foods* 2020, 9, 1437.
- Purwanto YA, Sari HP, Budiastira IW. 2015. Effect of processing technique in developing a calibration model for soluble solid and acidity in Gedong Gincu mango using NIR Spectroscopy.

*J Eng and Technol.* 7(5): 1921-1927.

Rismunandar dan Riski MH. 2003. *Lada, Budidaya, dan Tata Niaga*. Jakarta: Penebar Swadaya.

Rosita R, Budiasatra IW, Sutrisno. 2016. Prediksi kandungan kafein biji kopi arabika gayo dengan *near infrared spectroscopy*. *Jurnal Keteknik Pertanian*. 4(2): 178-186.

Shamina A. 2001. *Secondary Metabolites in Black Pepper and Their Effect on The Foot-Rot Pathogen Phytophthora capsica*. India.

William P, Norris K. 1990. *Near-infrared Technology in the Agriculture and Food Industries*. USA: American Association of cerea chemical, Inc. St. Paul.

Zulfahrizal, Sutrisno, Budiastra IW, Seminar KB, Munawar AA. 2013. Akuisisi spektrum near infrared reflectance pada biji kakao. *Jurnal Littri*. 4(1): 1-10.