

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Populasi dan Sampel

Populasi adalah keseluruhan unit atau individu dalam ruang lingkup yang ingin diteliti. Populasi yang digunakan dalam penelitian ini adalah sediaan gel pengharum ruangan dengan variasi konsentrasi karagenan dan glukomanan sebagai basis gel dan minyak atsiri nilam sebagai *fiksatif*

Sampel adalah sebagian dari populasi yang ingin diteliti, yang ciri-ciri dan keberadaannya diharapkan mampu mewakili keberadaan populasi yang sebenarnya. Sampel yang digunakan adalah basis gel dengan variasi konsentrasi karagenan dan glukomanan sebesar 1,5 %, 2%, 2,5%, 3% dan 3,5% serta sediaan gel pengharum ruangan dengan variasi konsentrasi minyak atsiri nilam sebesar 0,5%; 0,75%; 1%; 1,25%.

B. Variabel Penelitian

1. Identifikasi variabel utama

Variabel utama pertama dalam penelitian ini adalah basis gel pengharum ruangan menggunakan karagenan dan glukomanan dengan variasi konsentrasi.

Variabel utama kedua dalam penelitian ini adalah sediaan gel pengharum ruangan dengan variasi konsentrasi minyak atsiri nilam.

2. Klasifikasi variabel utama

Variabel utama diklasifikasikan dalam berbagai macam variabel yaitu variabel bebas, variabel tergantung dan variabel kendali.

Variabel bebas yang dimaksud dalam penelitian ini adalah variabel yang sengaja diubah-ubah untuk mengetahui pengaruhnya terhadap variabel tergantung. Variabel bebas dalam penelitian ini adalah variasi konsentrasi antara karagenan-glukomanan sebagai basis gel dan sediaan gel pengharum ruangan dengan minyak atsiri nilam dalam berbagai konsentrasi.

Variabel tergantung adalah titik pusat permasalahan yang merupakan pilihan dalam penelitian ini. Variabel tergantung dalam penelitian ini adalah sifat mutu fisik sediaan gel pengharum ruangan.

Variabel terkontrol adalah variabel yang mempengaruhi variabel tergantung sehingga perlu ditetapkan kualifikasinya agar hasil yang diperoleh tidak tersebar dan dapat diulang oleh peneliti lain secara tepat. Variabel terkontrol dalam penelitian ini adalah proses pembuatan sediaan dan kondisi saat pengujian.

3. Definisi operasional variabel utama

Pertama, basis gel pengharum ruangan adalah campuran antara karagenan dan glukomanan dengan perbandingan yang sama namun berbeda konsentrasi.

Kedua, minyak atsiri nilam adalah bahan *fiksatif* ditambahkan untuk mengikat bahan pewangi agar dapat bertahan lama.

Ketiga, mutu atau karakteristik gel pengharum ruangan adalah sifat-sifat fisik dari gel pengharum ruangan meliputi keadaan tekstur basis gel, kestabilan gel, kesukaan wangi, penguapan zat cair dan ketahanan wangi.

C. Alat dan Bahan

1. Alat

Alat yang akan digunakan dalam penelitian ini meliputi timbangan digital OHAUS tipe PA214, oven Memmert tipe U 30, alat GC-MS tipe Shimadzu QP 2010, seperangkat alat destilasi uap air, seperangkat alat-alat gelas laboratorium, cetakan gel, corong pisah, *waterbath*, termometer, stemper & mortir, plastik *resealable*, refraktometer, piknometer dan kertas saring.

2. Bahan

Bahan sampel pertama yang digunakan adalah karagenan, glukomanan, propilenglikol, natrium benzoat, akuades.

Bahan sampel kedua adalah buah jeruk nipis berasal dari daerah Boyolali dan daun nilam berasal dari daerah Tawangmangu, Jawa Tengah.

D. Jalannya Penelitian

1. Determinasi tanaman

Tahap pertama penelitian ini adalah menetapkan kebenaran sampel buah jeruk nipis dan daun nilam yang berkaitan dengan ciri-ciri mikroskopis dan makroskopis, serta mencocokkan ciri-ciri morfologis yang ada pada buah jeruk nipis dan daun nilam terhadap kepustakaan yang dilakukan di Laboratorium Biologi, Fakultas MIPA, Universitas Sebelas Maret.

2. Pengambilan dan perlakuan tanaman

Buah jeruk nipis dipetik pada pagi hari di mana buah yang di ambil adalah buah yang sudah cukup matang dan masih berwarna hijau. Sampel dipotong menjadi 2 bagian kemudian di isolasi dengan menggunakan alat destilasi uap air.

Daun nilam dipetik pada pagi hari, di ambil bagian daunnya yang berwarna hijau tua, dicuci hingga bersih kemudian dikeringkan dengan pengeringan langsung di bawah sinar matahari selama 5 jam yang diikuti pengering-anginan selama 3 hari diruangan terbuka. Hasil daun nilam kering tersebut kemudian di isolasi menggunakan alat destilasi uap air.

3. Isolasi minyak atsiri dengan metode destilasi uap dan air

Sampel buah jeruk nipis segar maupun sampel daun nilam kering di isolasi dengan cara dimasukkan kedalam alat penyulingan minyak dan air yang menyerupai dandang dengan penyangga berlubang yang telah terisi air. Penyulingan dilakukan diatas api sampai air mendidih. Uap air yang dihasilkan dialirkan pada pipa menuju kebagian kondensor sehingga mengalami proses kondensasi, bersama dengan uap air tersebut terbawa dengan minyak atsiri. Pemanasan dilakukan dengan api sampai penyulingan dihentikan setelah tidak ada penambahan minyak, kemudian tampung destilat dan ukur volume yang dihasilkan. Minyak yang diperoleh kemudian dilakukan pemisahan fase air dan fase minyak menggunakan corong pisah dengan penambahan Na_2SO_4 anhidrat untuk memisahkan antara minyak dan air seberat 1% dari volume minyak atsiri yang diperoleh sehingga didapat hasil sulingan minyak atsiri murni. Minyak yang di peroleh kemudian disimpan dalam botol coklat dan tempat yang sejuk untuk

menghindari minyak atsiri yang didapat tidak rusak atau teroksidasi (Depkes 2003).

4. Analisis minyak atsiri

4.1 Pengamatan organoleptik. Pengamatan organoleptik terhadap minyak atsiri meliputi warna, aroma, bentuk dan rasa dari minyak. Warna minyak atsiri dari hasil destilasi ditempatkan dalam wadah kaca yang bersih dan jernih. Bau dan rasa minyak atsiri memiliki bau dan rasa yang khas sesuai dari tanaman asalnya.

4.2 Identifikasi minyak atsiri. Identifikasi minyak atsiri jeruk nipis dan daun nilam seperti identifikasi minyak atsiri pada umumnya yaitu diteteskan pada permukaan air, minyak atsiri akan menyebar dan permukaan air tidak akan keruh. Minyak atsiri diteteskan pada kertas saring, jika dibiarkan maka minyak akan menguap sempurna tanpa meninggalkan noda lemak (Gunawan dan Mulyani 2004).

4.3 Identifikasi senyawa minyak atsiri menggunakan GC-MS. Identifikasi kandungan senyawa minyak atsiri minyak atsiri jeruk nipis dan nilam digunakan alat GC-MS dengan spesifikasi yang dimiliki yaitu detektor FID dan MS, gas helium UHP, kolom non polar Rtx-MS (5% diphenyl / 95% dimethyl polysiloxane), kolom polar carbowax (*polyethylene glycol*), suhu maksimal 320⁰ C dan software library Wiley untuk mengidentifikasi komponen-komponen dalam senyawa.

4.4 Penetapan indeks bias minyak atsiri. Penetapan indeks bias menggunakan alat refraktometer. Badan prisma akan dibuka dan kemudian dibersihkan dengan kapas yang telah dibasahi alkohol. Refraktometer diatur sehingga garis dan skala tampak jelas, mencatat suhu ruang tempat bekerja kemudian meneteskan cairan yang diukur pada prisma dan menutup kembali. Pemutar sebelah kanan diatur sehingga batas gelap dan terang tepat pada garis dan dibaca skala dicatat indeks biasnya (Ketaren 1987).

4.5 Penetapan bobot jenis minyak atsiri. Penetapan bobot jenis ditetapkan dengan cara botol timbang dikeringkan dengan cara dioven, kemudian ditimbang botol kosong dan dicatat hasilnya. Masing-masing minyak atsiri jeruk

nipis dan nilam ditimbang dalam botol dan dicatat hasilnya, penimbangan diulang sebanyak tiga kali. Data hasil penimbangan botol timbang dan minyak atsiri dikurangkan dengan bobot botol timbang kosong sehingga didapatkan bobot minyak atsiri (Ketaren 1987).

4.6 Penetapan kelarutan dalam alkohol. Uji kelarutan minyak atsiri dalam alkohol dilakukan dengan cara mengambil sebanyak 1 ml minyak dimasukkan kedalam gelas ukur 10 ml, ditambah 1 ml alkohol 70% dengan cara bertahap, dan diamati pada setiap penambahan alkohol kejernihannya setelah dikocok.

5. Rancangan formula basis

5.1 Formula pemilihan basis gel terbaik. Basis gel dibuat seberat 21 gram tanpa penambahan minyak atsiri dengan memvariasikan konsentrasi karagenan dan glukomanan yaitu sebesar 1,5%; 2%; 2,5%; 3% dan 3,5%.

Tabel 1. Formula pemilihan basis gel dengan variasi konsentrasi karagenan-glukomanan

Bahan	Satuan	F1	F2	F3	F4	F5
Karagenan : glukomanan (1:1)	gram	0,315	0,42	0,525	0,63	0,735
Natrium benzoate (0,1%)	gram	0,021	0,021	0,021	0,021	0,021
Propilenglikol (10%)	gram	2,1	2,1	2,1	2,1	2,1
Akuades ad	mL	21	21	21	21	21

5.2 Formula sediaan gel pengharum ruangan. Sediaan gel pengharum ruangan dibuat sebanyak 21 gram menggunakan salah satu formula basis yang telah terpilih sebelumnya dan menambahkan minyak atsiri jeruk nipis sebagai bahan pewangi serta minyak atsiri nilam sebagai fiksatif yang dibuat variasi konsentrasi yaitu 0,5%; 0,75%; 1%; 1,25%, kontrol negatif (tanpa minyak nilam) serta kontrol positif merk “stella” aroma jeruk nipis.

Tabel 2. Formulasi gel pengharum ruangan dengan variasi konsentrasi minyak atsiri nilam

Bahan	Satuan	F1	F2	F3	F4	K-	K+
Karagenan : glukomanan (1:1)	gram	0,525	0,525	0,525	0,525	0,525	Produk “Stella”
Minyak jeruk nipis (5%)	gram	1,05	1,05	1,05	1,05	1,05	
Minyak nilam (*)	gram	0,105	0,157	0,21	0,26	-	
Natrium benzoate (0,1%)	gram	0,021	0,021	0,021	0,021	0,021	
Propilenglikol (10%)	gram	2,1	2,1	2,1	2,1	2,1	
Akuades ad	mL	21	21	21	21	21	

6. Pembuatan sediaan gel

Prosedur penelitian diawali dengan pemilihan basis gel terbaik. Proses pembuatan basis gel di mana bahan padat (karagenan, glukomanan, dan natrium benzoat) masing-masing ditimbang di atas kertas timbang lalu dicampurkan dan digerus hingga homogen, sedangkan bahan cair (akuades, propilenglikol dan minyak atsiri) ditimbang ataupun diukur satu persatu. Akuades dipanaskan hingga suhu mencapai 75°C di dalam *beaker glass* dan dituang dalam wadah cetakan kemudian campuran bahan padat dituangkan sedikit demi sedikit sambil diaduk hingga terbentuk hidrokoloid yang homogen kemudian propilenglikol dimasukkan ke dalam hidrokoloid dan diaduk kembali hingga homogen lalu didiamkan selama ± 2 jam hingga membentuk massa gel.

Penambahan minyak atsiri jeruk nipis dan nilam dilakukan pada saat pembuatan sediaan gel pengharum ruangan, dicampurkan dengan propilenglikol dan dimasukkan kedalam hidrokoloid, diaduk hingga merata dan dituang kedalam cetakan didiamkan hingga mengeras membentuk massa gel.

7. Pengujian sifat fisik sediaan gel

7.1 Pemilihan tekstur basis gel. Aspek yang diuji berupa tekstur gel yang diharapkan dari berbagai konsentrasi kombinasi karagenan dan glukomanan sebagai basis gel. Tekstur gel yang diharapkan yaitu gel yang elastis dan kuat tidak mudah hancur.

7.2 Uji kestabilan gel. Sineresis adalah peristiwa keluarnya air dari dalam gel yang disebabkan oleh agregasi rantai karagenan saat pendinginan yang dapat mempengaruhi kestabilan gel. Sineresis diuji dengan cara menghitung dan membandingkan tingkat nilai sineresis antar sampel sediaan. Gel yang telah terbentuk pada wadah plastik ditimbang bobotnya (M_0) lalu dipindahkan ke dalam plastik *resealable* yang telah diberi kode sampel. Gel disimpan pada oven bersuhu 30 °C dalam keadaan plastik terbuka. Setelah 24 jam, gel dikeluarkan dari oven dan dipindahkan ke dalam wadah plastik sesuai kode sampel untuk ditimbang bobot akhirnya (M_1) (Enifia 2009). Data yang dihitung adalah persen sineresis dengan perhitungan sebagai berikut:

$$\text{Sineresis (\%)} = \frac{M_0 - M_1}{M_0} \times 100 \% \dots\dots\dots(1)$$

7.3 Uji kesukaan wangi (*hedonic test*). Uji kesukaan merupakan salah satu jenis uji penerimaan konsumen terhadap produk gel pengharum ruangan. Pengujian kesukaan aroma wangi dilakukan dengan cara mencium 2-3 kali aroma sediaan. Saat pengujian, gel diposisikan dengan jarak 20 cm dari hidung dan wangi dicium dengan cara mengibas-ngibaskan tangan ke arah hidung (Sitorus 2016). Pada uji ini digunakan minimal 25 panelis. Panelis diminta untuk mengungkapkan kesan pribadinya tentang kesukaan atau ketidaksukaan terhadap produk pengharum ruangan dengan skala kesukaan. Skala yang digunakan yaitu 1 (tidak suka), 2 (kurang suka), 3 (cukup suka), 4 (suka), 5 (sangat suka). Data yang diperoleh dari kuesioner, ditabulasi dan ditentukan nilai kesukaannya untuk setiap sediaan dengan mencari hasil rerata pada setiap panelis.

7.4 Uji penguapan zat cair. Uji penguapan zat cair dilakukan dengan menimbang bobot gel setiap minggunya selama satu bulan penggunaan. Gel pengharum ruangan ini letakkan di beberapa tempat ruangan uji yaitu pada ruangan suhu kamar, AC, dan ruangan biasa yang diberi kipas angin. Hasilnya akan diperoleh nilai besar penurunan bobot gel setiap minggunya dan total penurunan bobot setelah satu bulan penggunaan. Besar selisih bobot merupakan jumlah zat cair yang menguap. Persentase penguapan zat cair dihitung dengan rumus:

$$\text{Persen (\%)} \text{ total penguapan zat cair} = \frac{(M_0 - M_4)}{M_0} \times 100\% \dots\dots\dots(2)$$

Perhitungan persentase bobot gel sisa :

$$\text{Persen bobot gel sisa} = \frac{\text{bobot gel minggu ke-n (M}_n\text{)}}{\text{bobot gel minggu ke-0 (M}_0\text{)}} \times 100\% \dots\dots\dots(3)$$

7.5 Ketahanan wangi gel. Pengujian ketahanan wangi gel pengharum ruangan dilakukan setiap minggu selama satu bulan penggunaan. Uji ketahanan wangi produk gel pengharum ruangan dilakukan untuk mengetahui lama pemakaian dan ketahanan wangi gel pengharum ruangan selama penggunaan yang dinilai oleh 25 panelis dengan cara mencium wangi sediaan 2– 3 kali. Saat pengujian, gel diposisikan dengan jarak 20 cm dari hidung dan wangi dicium dengan mengibas-ngibaskan tangan ke arah hidung dari sediaan gel yang telah

disimpan atau diletakkan di ruangan uji berukuran antara 3x3-4x4, yaitu pada ruangan suhu kamar, AC, dan kipas angin. Penilaian ketahanan wangi gel pengharum ruangan dilakukan dengan cara menuliskan skala penilaian pada lembar kuisisioner yaitu skala 5 sampai 1 di mana 1 (sangat tidak wangi), 2 (agak kurang wangi), 3 (agak wangi), 4 (wangi), 5 (sangat wangi). Data yang diperoleh dari kuisisioner ditabulasi dan ditentukan nilainya untuk setiap sediaan dengan mencari hasil rerata pada setiap panelis.

E. Analisis Data

Data yang diperoleh dari kuisisioner dianalisis dengan menghitung jumlah persentase panelis yang memilih skala kesukaan tertentu dengan metode frekuensi melalui *SPSS* statistik 17. Selanjutnya data ditabulasi dan ditentukan nilainya untuk setiap sediaan dengan mencari hasil rerata pada setiap panelis pada tingkat kepercayaan 95% (Badan Standarisasi Nasional 2006). Menghitung interval nilai mutu rerata dari setiap panelis digunakan rumus sebagai berikut:

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$$

$$S^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{X})^2}{n}$$

$$S = \sqrt{S^2}$$

$$P (\bar{X} - (1,96 \cdot S/\sqrt{n})) \leq \mu \leq (\bar{X} + (1,96 \cdot S/\sqrt{n}))$$

Keterangan :

n = jumlah panelis

S^2 = keseragaman nilai kesukaan

1,96 = koefisien standar deviasi pada taraf 95%

\bar{X} = nilai kesukaan rata-rata

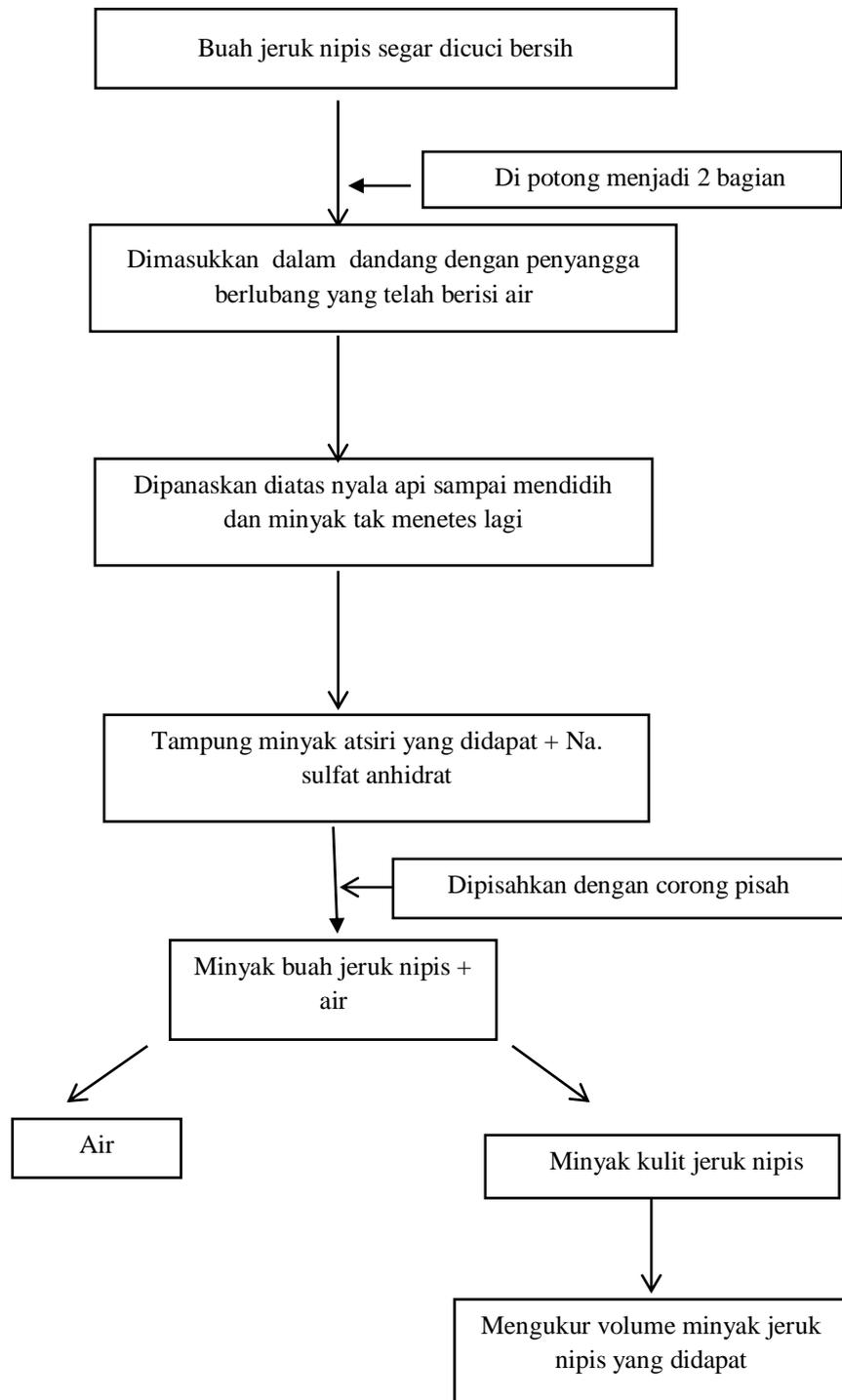
X_i = nilai dari panelis ke I, di mana I = 1, 2, 3, ..., n

S = simpangan baku nilai kesukaan

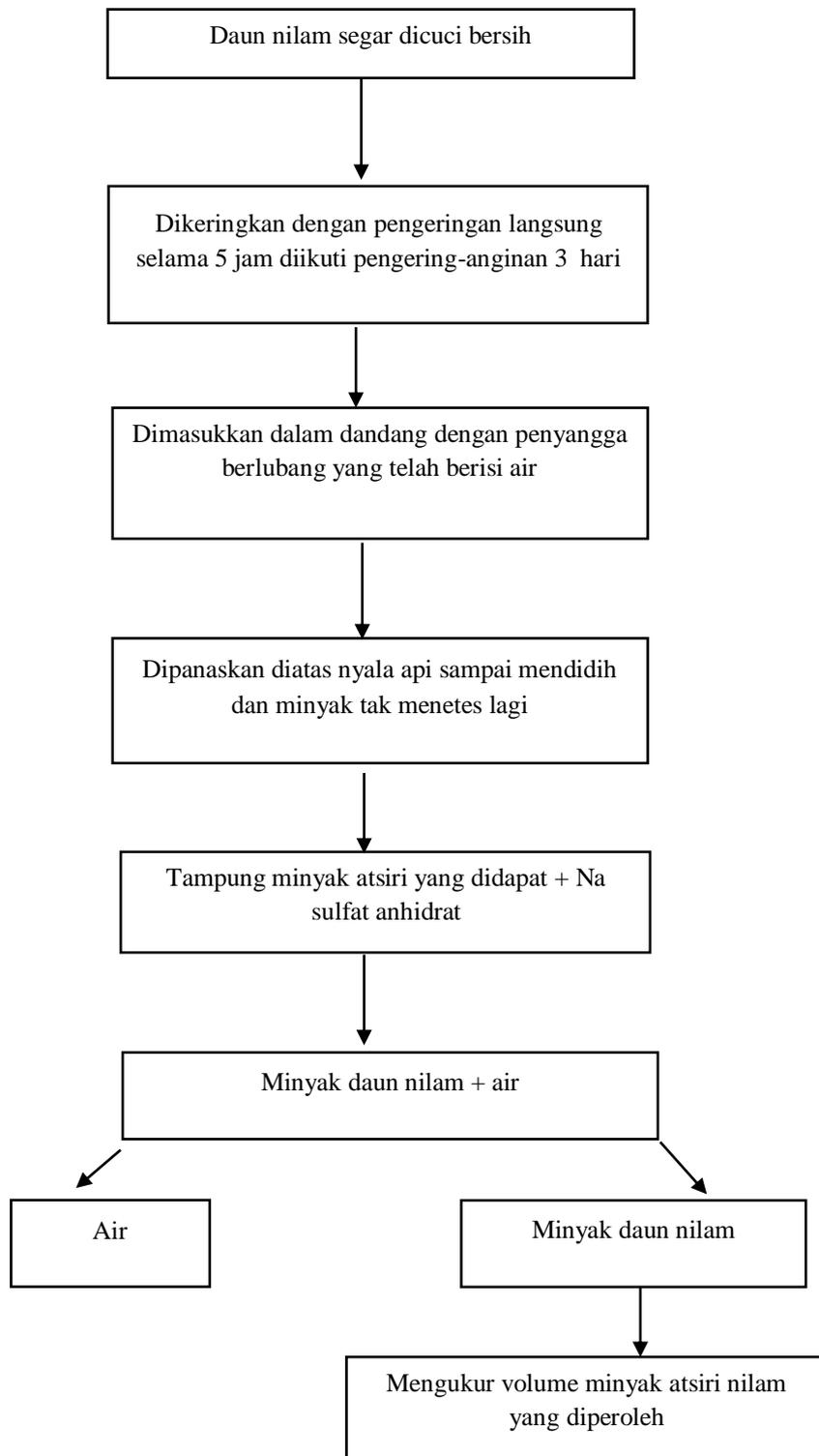
P = tingkat kepercayaan

μ = rentang nilai

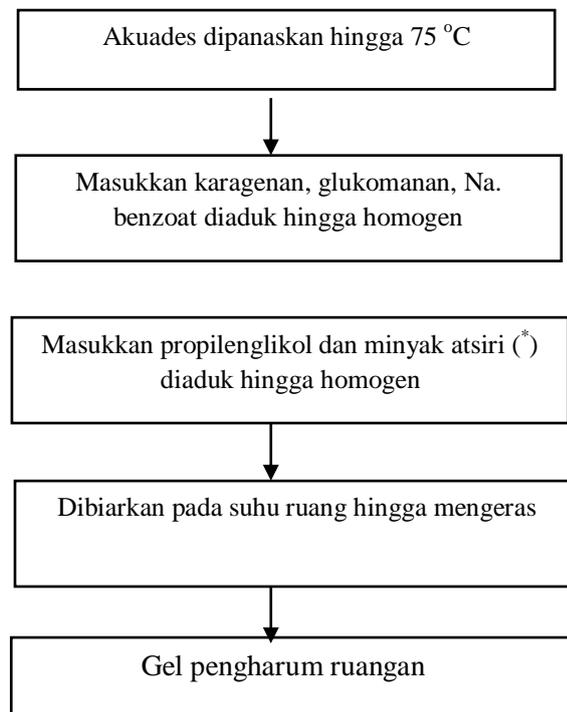
F. Skema Penelitian



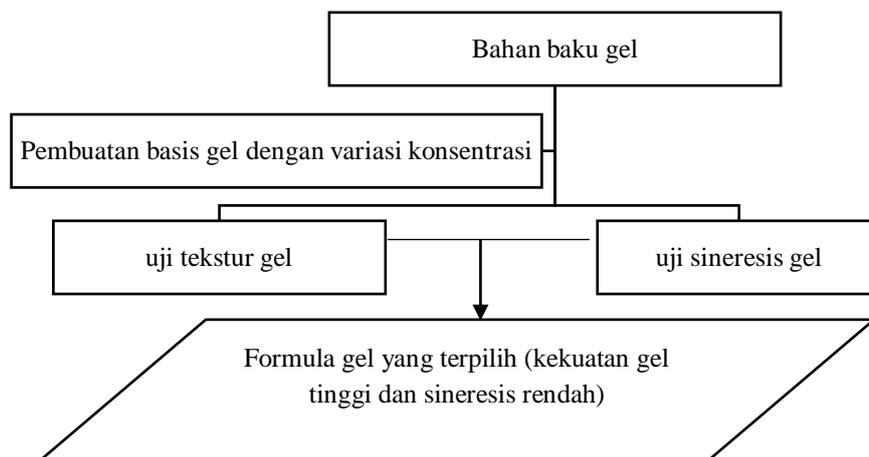
Gambar 1. Skema isolasi minyak atsiri kulit jeruk nipis



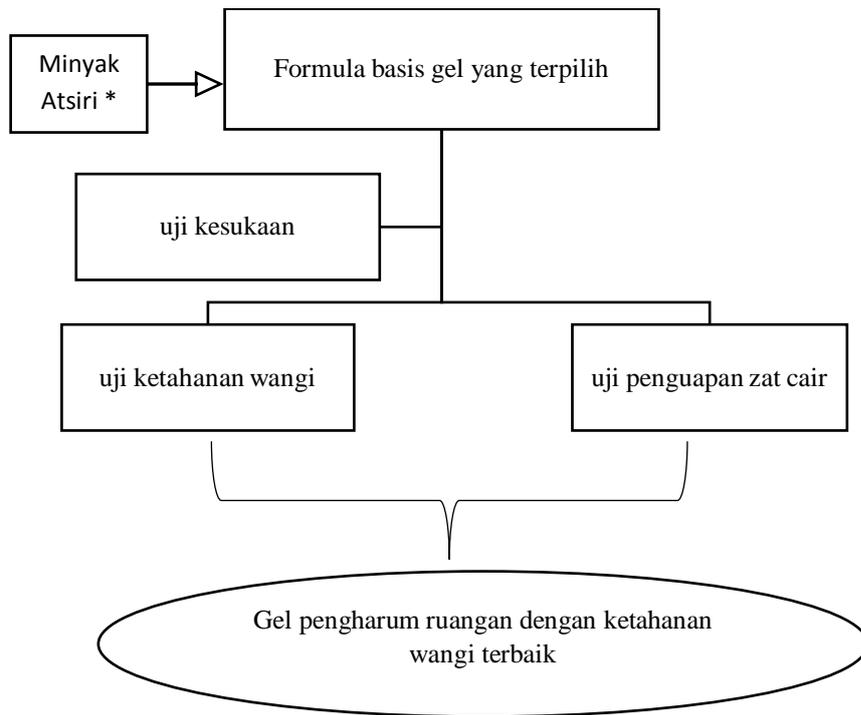
Gambar 2. Skema isolasi minyak atsiri daun nilam



Gambar 3. Skema pembuatan sediaan gel pengharum ruangan



Gambar 4. Skema pemilihan basis gel terbaik



Gambar 5. Skema uji sifat fisik sediaan gel pengharum ruangan