

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **A. Populasi dan Sampel**

##### **1. Populasi**

Populasi yang digunakan dalam penelitian ini adalah tanaman akar wangi dan jeruk nipis yang didapat dari daerah Boyolali, Jawa Tengah. Sampel yang digunakan adalah akar wangi dan buah jeruk nipis.

##### **2. Sampel**

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah minyak akar wangi konsentrasi 0,25 %, 0,50%, 0,75%, 1%, minyak kulit jeruk nipis 5%, karagenan dan glukomanan dengan konsentrasi 3% perbandingan 40 : 60, 50 : 50, 60 : 40, 70 : 30, dan 80 : 20.

#### **B. Variabel**

##### **1. Identifikasi variabel utama**

Variabel utama merupakan identifikasi dari semua masalah variabel yang diteliti langsung. Variabel utama dalam penelitian ini adalah minyak akar wangi sebagai fiksatif.

##### **2. Klasifikasi variabel utama**

Variabel utama diklasifikasikan menjadi 3, yaitu variabel bebas, variabel tergantung, dan variabel terkendali.

Variabel bebas yang dimaksud adalah variabel yang sengaja diubah-ubah untuk dipelajari pengaruhnya terhadap variabel tergantung, yang dimaksud variabel bebas dalam penelitian ini adalah konsentrasi minyak akar wangi yang digunakan.

Variabel terkendali yaitu variabel yang mempengaruhi variabel tergantung sehingga perlu ditetapkan kualifikasinya agar hasil dapat diulangi oleh peneliti lain dengan tepat dan tidak tersebar, yang dimaksud variabel terkendali dalam penelitian ini adalah pembuatan gel pengharum ruangan, suhu ruangan penyimpanan.

Variabel tergantung yaitu titik pusat permasalahan yang merupakan pilihan dalam penelitian ini, yang dimaksud variabel tergantung dalam penelitian ini adalah kestabilan gel, uji kesukaan (*hedonic test*), uji penguapan zat cair, dan uji ketahanan wangi.

### 3. Definisi operasional variabel utama

**Pertama**, Gel pengharum ruangan disusun oleh beberapa macam bahan, di antaranya adalah bahan dasar pembentuk gel, bahan pewangi, bahan pengikat wangi, dan bahan tambahan yang digunakan meliputi bahan *emulsifier* dan pengawet.

**Kedua**, karagenan merupakan senyawa hidrokoloid yang diperoleh melalui proses ekstraksi rumput laut merah. Karagenan yang dijadikan bahan pembuat gel pengharum ruangan berfungsi melepaskan minyak aroma secara perlahan.

**Ketiga**, Glukomanan merupakan hidrokoloid yang diperoleh dari hasil ekstraksi tanaman *Amorphophallus*. Glukomanan memiliki kemampuan yang unik untuk membentuk gel. Konsentrasi kritis terendah konjak glukomanan yang dibutuhkan untuk membentuk gel adalah 0,5%.

**Keempat**, minyak atsiri kulit jeruk nipis dapat dihasilkan dengan menggunakan metode destilasi uap air. Kandungan senyawa minyak atsiri kulit jeruk nipis yang paling banyak adalah *linalool*.

**Kelima**, minyak akar wangi banyak digunakan dalam industri parfum khususnya sebagai bahan pengikat (fiksatif). Senyawa kimia yang berperan dalam aroma minyak akar wangi adalah  $\alpha$ -vetivon,  $\beta$ -vetivon, dan *khusimon*.

**Keenam**, pemilihan basis gel pengharum ruangan berdasarkan pada sifat gel yaitu memiliki kekuatan tinggi, elastis, dan memiliki kestabilan yang baik, stabilitas gel yang baik dilihat berdasarkan nilai sinerensis gel.

**Ketujuh**, gel pengharum ruangan dilakukan pengujian dengan berbagai parameter diantaranya uji kesukaan wangi, penguapan zat cair, dan ketahanan wangi.

**Kesepuluh**, uji kesukaan wangi dilakukan pengujian menggunakan 25 panelis, dengan parameter 1 (tidak suka), 2 (kurang suka), 3 (cukup suka), 4 (suka), 5 (sangat suka)

**Kesebelas**, uji penguapan zat cair dan ketahanan wangi dilakukan pengujian pada 3 ruang yang berbeda, yaitu ruangan suhu kamar, ruangan AC dengan suhu 25-30<sup>0</sup>C, Ruangan dengan kipas angin. Uji penguapan zat cair dilakukan dengan menimbang berat gel setiap minggunya, pengujian ketahanan wangi dilakukan pengujian menggunakan 25 panelis kemudian masing-masing panelis diminta untuk menilai wangi gel pengharum ruangan dengan kontrol positif gel pengharum ruangan dipasaran dan kontrol negatif tanpa penambahan minyak akar wangi.

### **C. Bahan dan Alat**

#### **1. Bahan**

Bahan sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah minyak atsiri dari akar wangi dan jeruk nipis, karagenan, glukomanan, akuades, Na benzoat, propilen glikol, etanol 70%.

#### **2. Alat**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah timbangan digital OHAUS tipe PA214, penangas air, alat destilasi uap-air, oven memert tipe U 30, refraktometer, GC-MS, termometer ruangan, gelas beker, lampu spiritus, cetakan gel, plastik *resealable*.

### **D. Jalannya Penelitian**

#### **1. Identifikasi tanaman**

Identifikasi tanaman digunakan untuk mengetahui kebenaran bahan tanaman yang digunakan dalam penelitian yaitu kulit jeruk nipis dan akar wangi. Identifikasi dilakukan di Laboratorium Biologi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sebelas Maret, Surakarta

## 2. Pengumpulan bahan

Tanaman akar wangi dan buah jeruk nipis diambil dari daerah Pasah, Boyolali, Jawa tengah. Tanaman akar wangi dikumpulkan sebanyak 5 kg kemudian dilakukan pencucian dengan air mengalir, kemudian akar wangi dikeringkan dengan cara diangin-anginkan. Buah jeruk nipis segar diambil dari daerah Boyolali, dikumpulkan sebanyak 12 kg buah jeruk nipis.

## 3. Isolasi minyak atsiri

Akar wangi yang telah dilakukan pengeringan dan buah jeruk nipis diiris menjadi 2 bagian masing-masing dimasukan dalam alat destilasi uap-air yang menyerupai dandang dengan penyangga berlubang yang telah terisi air. Penyulingan dilakukan diatas api sampai mendidih. Uap air yang dihasilkan dialirkan pada pipa bagian kondensor sehingga mengalami proses kondensasi, bersama dengan uap air tersebut minyak atsiri dapat terbawa. Pemanasan dilakukan dengan api, penyulingan dihentikan setelah tidak ada penambahan minyak, kemudian destilat ditampung dan ukur volume yang dihasilkan.

Hasil destilasi umumnya berupa minyak atsiri kasar yang mengandung air, sehingga diperlukan suatu proses penarikan air dari minyak atsiri untuk menghasilkan minyak atsiri dengan mutu tinggi. Proses penarikan air dilakukan dengan menggunakan Natrium Sulfat ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) anhidrat. Minyak atsiri yang diperoleh kemudian disimpan dalam botol cokelat atau botol bening yang ditutup dengan alumunium foil dan disimpan dalam ruangan sejuk, hal tersebut bertujuan untuk menghindari kerusakan minyak atsiri atau teroksidasi.

## 4. Pengujian minyak atsiri:

**4.1 Uji organoleptis.** Pengujian organoleptis bertujuan untuk mengetahui secara fisik bentuk, warna, bau dan rasa dari minyak atsiri akar wangi dan jeruk nipis. Pengujian dilakukan dengan cara menempatkan minyak atsiri ke dalam wadah kaca bening, kemudian diidentifikasi warna minyak, bau dan rasa minyak atsiri memiliki bau dan rasa yang khas sesuai dari tanaman asalnya (Gunawan & Mulyani 2004).

**4.2 Identifikasi minyak atsiri.** Identifikasi minyak atsiri bertujuan untuk mengetahui kebenaran minyak atsiri. Pengujian ini dilakukan dengan dua cara

yaitu dengan penetesan pada kertas dan penetesan dalam air. Penetesan pada kertas dilakukan dengan cara meneteskan minyak atsiri pada kertas saring kemudian diamati, jika dibiarkan minyak atsiri akan menguap sempurna tanpa meninggalkan noda lemak. Penetesan dalam air dilakukan dengan meneteskan minyak dalam air, pengamatan dilakukan apabila minyak dapat meyebar pada permukaan air. Minyak atsiri pada umumnya tidak bercampur dengan air (Gunawan & Mulyani 2004)

**4.3 Uji indeks Bias.** Pengujian indeks bias minyak atsiri dilakukan pengukuran dengan alat yang disebut dengan refraktometer, pengujian dilakukan dengan membersihkan prisma pada refraktometer dengan alkohol dan dikeringkan menggunakan tisu. Permukaan prisma ditetesi dengan masing-masing minyak akar wangi dan minyak jeruk nipis kemudian ditutup. Untuk mengetahui indeks bias dilakukan dengan memutar skrup atau slide sampai didapatkan garis yang jelas antara bidang yang gelap dan terang. Apabila garis berhimpit dengan titik potong dari kedua batas garis yang bersilangan maka dibiarkan beberapa menit lalu indeks bias dapat dibaca (Ketaren 1985).

**4.4 Uji kelarutan dalam etanol.** Uji kelarutan dalam etanol bertujuan untuk mengetahui banyaknya kelarutan minyak dalam etanol. Pengujian dilakukan dengan cara memasukan 1 ml minyak akar wangi dan minyak jeruk nipis, masing-masing dalam gelas ukur 10 ml, masing-masing minyak dilarutkan dengan etanol 70%, etanol ditambahkan secara bertahap sampai minyak dapat melarut, kemudian diamati banyaknya etanol 70% yang dibutuhkan untuk melarutkan masing-masing minyak akar wangi dan minyak jeruk nipis.

**4.3 Analisa GC - MS (*Gas Chromatography - Mass Spectrometry*).** Kolom yang digunakan adalah HP-5MS (Crosslinked 5% *Phenyl-methylsilicone*), dengan panjang kolom 30 m, diameter 0,25 mm dan ketebalan 0,25  $\mu\text{m}$ . Suhu pada injektor adalah 290°C, suhu MS adalah 250°C, dan lama operasi selama 20 menit. Minyak atsiri dipipet sebanyak 10  $\mu\text{L}$  kemudian dilarutkan dalam methanol 240  $\mu\text{L}$  kemudian larutan tersebut diinjeksikan dalam system GC-MS sebanyak 1  $\mu\text{L}$  (Sani 2011).

## 5. Formulasi gel pengharum ruangan

Tahap pertama yaitu menentukan basis gel terbaik dengan memformulasikan karagenan dan glukomanan konsentrasi 3% (Fitrah 2013) dengan berat 30 gram. Formula basis gel pengharum ruangan dapat dilihat pada Tabel 1.

**Tabel 1. Formula pemilihan basis gel pengharum ruangan 21 gram.**

Bahan	F1	F2	F3	F4	F5
Karagenan:Glukomana	0,36 :0,54	0,45 : 0,45	0,54 : 0,36	0,63 : 0,27	0,72 : 0,18
Na benzoat 0,1 % (g)	0,030	0,030	0,030	0,030	0,030
Propilen glikol 10% (g)	3	3	3	3	3
Aquadest	26,07	26,07	26,07	26,07	26,07

\*Keterangan:

F1 : Formula dengan perbandingan karagenan : glukomanan sebesar 40 : 60.

F2 : Formula dengan perbandingan karagenan : glukomanan sebesar 50 : 50.

F3 : Formula dengan perbandingan karagenan : glukomanan sebesar 60 : 40.

F3 : Formula dengan perbandingan karagenan : glukomanan sebesar 70 : 30.

F4 : Formula dengan perbandingan karagenan : glukomanan sebesar 80 : 20.

Basis gel yang baik sesuai persyaratan yaitu membentuk basis gel yang kuat, tidak mudah rapuh, elastis serta memiliki nilai sinerensis yang rendah. Basis gel yang sudah sesuai persyaratan digunakan pada penelitian tahap kedua. Penelitian tahap kedua untuk memformulasikan gel pengharum ruangan dengan minyak jeruk nipis dan minyak akar wangi.

**Tabel 2. Formula sediaan gel pengharum ruangan dengan 3 variasi konsentrasi minyak akar wangi.**

Bahan	F1	F2	F3	F4	Kontrol (-)	Kontrol (+)
Karagenan : Glukomanan	Terpilih	Terpilih	Terpilih	Terpilih	Terpilih	Stela berat 42gram
Minyak jeruk nipis 5%	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	
Minyak akar wangi	0,075	0,15	0,23	0,3	-	-
Na benzoat 0,1 % (g)	0,030	0,030	0,030	0,030	0,030	-
Propilen glikol 10% (g)	3	3	3	3	3	-
Aquadest	Ad 30ml	Ad 30ml	Ad 30ml	Ad 30ml	Ad 30ml	-

\*Keterangan:

F1 : Minyak akar wangi konsentrasi (0,25 %)

F2 : Minyak akar wangi konsentrasi (0,5 %)

F3 : Minyak akar wangi konsentrasi ( 0,75 %)

F4 : Minyak akar wangi konsentrasi ( 1 %)

## **6. Proses pembuatan basis gel pengharum ruangan**

Menyiapkan dan menimbang alat dan bahan yang digunakan. Memanaskan akuades dalam gelas beker hingga 75°C. Memasukan karagenan, glukomanan, dan natrium benzoat sedikit demi sedikit dan dilakukan pengadukan dengan cepat sampai suhunya turun mencapai 65°C. Setelah itu menambahkan propilen glikol dan mengaduk sampai homogen, selanjutnya menuang basis gel yang terbentuk kedalam wadah pencetak gel (Fitrah 2013).

## **7. Proses pembuatan gel pengharum ruangan**

Menyiapkan dan menimbang alat dan bahan yang digunakan. Memanaskan akuades dalam gelas beker hingga 75°C. Memasukan karagenan, glukomanan, dan natrium benzoat sedikit demi sedikit dan mengaduk dengan cepat sampai suhunya turun mencapai 65°C. Setelah itu menambahkan propilen glikol, minyak jeruk nipis, dan minyak akar wangi dan mengaduk sampai homogen. Menuang gel pengharum ruangan yang terbentuk kedalam wadah pencetak gel (Fitrah 2013).

## **8. Prosedur pengujian**

**8.1 Uji organoleptis.** Pengujian organoleptik dengan aspek pengujian berupa tekstur gel terbaik dari konsentrasi kombinasi karagenan dan glukomanan sebagai basis gel. Tekstur gel yang diharapkan yaitu gel yang kuat, elastis dan tidak rapuh (Mas 2013).

**8.2 Uji kestabilan gel.** Menurut Fitrah (2013), kestabilan gel dilakukan pengujian dengan menghitung dan membandingkan tingkat sineresis antar sampel. Gel yang telah terbentuk pada wadah plastik dilakukan penimbangan bobot sebagai bobot awal ( $M_0$ ) selanjutnya memindahkan ke dalam wadah plastik *resealable* yang telah diberi kode sampel. Gel dilakukan penyimpanan pada oven bersuhu 30°C dalam keadaan plastik terbuka. Setelah 24 jam mengeluarkan gel dari dalam oven dan memindahkan ke dalam wadah plastik sesuai kode sampel untuk dilakukan penimbangan sebagai bobot akhirnya ( $M_1$ ). Sebelum dilakukan penyimpanan dalam wadah plastik, terlebih dahulu mengeringkan gel dengan tisu kering agar tidak ada zat cair yang ikut tertimbang. Selanjutnya dilakukan perhitungan data persen sineresis dengan perhitungan sebagai berikut:

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

**8.3 Uji kesukaan wangi.** Uji kesukaan (*hedonic test*) dilakukan untuk menentukan konsentasi minyak akar wangi terbaik pada gel pengharum ruangan. Pengujian dilakukan dengan cara meminta panelis untuk mengungkapkan kesan pribadinya tentang tingkat kesukaan sediaan gel pengharum ruangan. Pengujian kesukaan aroma wangi dilakukan dengan cara mencium dua sampai tiga kali. Saat pengujian, gel diposisikan 45°C dari hidung dengan jarak 20 cm dan wangi dicium dengan mengibas-ngibaskan tangan ke arah hidung. Pada uji ini menggunakan minimal 25 panelis. Panelis diminta untuk mengungkapkan kesan pribadinya tentang kesukaan atau ketidaksukaan suatu produk pengharum ruangan dengan skala kesukaan. Skala yang digunakan yaitu 1 (tidak suka), 2 (kurang suka), 3 (cukup suka), 4 (suka), 5 (sangat suka) (Fitrah 2013).

**8.4 Uji penguapan zat cair.** Uji penguapan zat cair dilakukan dengan menimbang bobot gel setiap minggu selama 1 bulan penyimpanan. Gel pengharum ruangan dilakukan penyimpanan dalam ruangan suhu kamar, suhu AC, dan suhu ruangan biasa yang diberi kipas angin. Ruangan biasa dan ruangan kipas dengan suhu kamar 25-30°C. Ruangan AC bersuhu 15-20°C. Baik dalam ruangan kipas maupun ruangan AC. Menyalakan AC dan kipas angin selama 8 jam sehari. Dalam pengujian ini diperoleh besar penurunan bobot gel setiap minggunya selama 4 minggu penyimpanan. Penurunan bobot gel pengharum ruangan diperoleh dengan menghitung selisih bobot gel pada minggu awal ( $M_o$ ) dengan bobot gel pada saat penimbangan ( $M_i$ ). Besar selisih bobot merupakan jumlah zat cair yang menguap (Fitrah 2013).

Persen total penguapan zat cair dihitung dengan rumus berikut:

$$\% \text{ total penguapan zat cair} = \frac{M_o - M_i}{M_o} \times 100\% \dots\dots\dots(2)$$

Persen bobot gel sisa dihitung dengan rumus berikut:

$$\frac{\text{Bobot gel minggu ke-n (Mn)}}{\text{Bobot gel minggu ke-0 (M0)}} \times 100\% \dots\dots\dots(3)$$



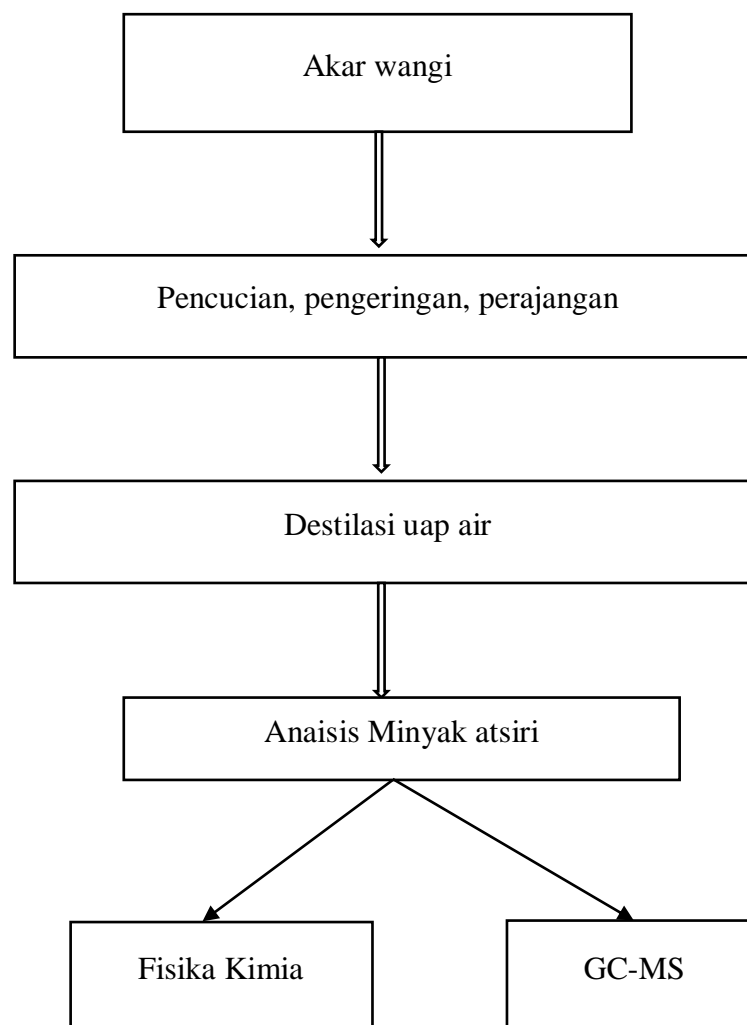
**8.5 Uji ketahanan wangi.** Uji ketahanan wangi dilakukan untuk mengetahui kekuatan wangi gel pengharum ruangan selama 4 minggu. Penyimpanan pada tiga jenis ruangan yang berbeda yaitu ruangan biasa, ruangan kipas dan ruangan AC. Kekuatan wangi gel dinilai setiap minggu oleh 25 panelis. Kriteria ruangan uji yang dipakai adalah ruangan dengan luas 3x3 sampai 3x4 meter. Ruangan biasa dan ruangan kipas dengan suhu kamar 25-30°C. Ruangan AC bersuhu 15-20°C. Menyalakan ruangan kipas maupun ruangan AC selama 8 jam sehari. Masing-masing sampel diuji ketahanan wanginya dengan menggunakan sampel pembanding gel pengharum ruangan dari pasaran. Pengujian dilakukan dengan panelis yang sama dari uji kesukaan. Data yang diperoleh dari lembar penilaian (kuisisioner), ditabulasi dan ditentukan nilai kesukaannya untuk setiap sediaan dengan mencari hasil rerata pada setiap panelis.

Pengujian dilakukan dengan menilai kekuatan wangi dari gel pengharum ruangan yang dibuat pada saat tersebut dengan skala 5-1, dimana 5 = sangat wangi, 4 = wangi, 3 = cukup wangi, 2 = kurang wangi dan 1 = tidak wangi. Pengujian gel diposisikan 45°C dari hidung dengan jarak sejengkal atau 20 cm dan wangi dicium dengan mengibas-ngibaskan tangan ke arah hidung. Supaya indra penciuman panelis tidak terpengaruh wangi sebelumnya, digunakan penetral biji kopi hitam sehingga penilaian lebih valid (Fitrah 2013).

### **E. Analisis Data**

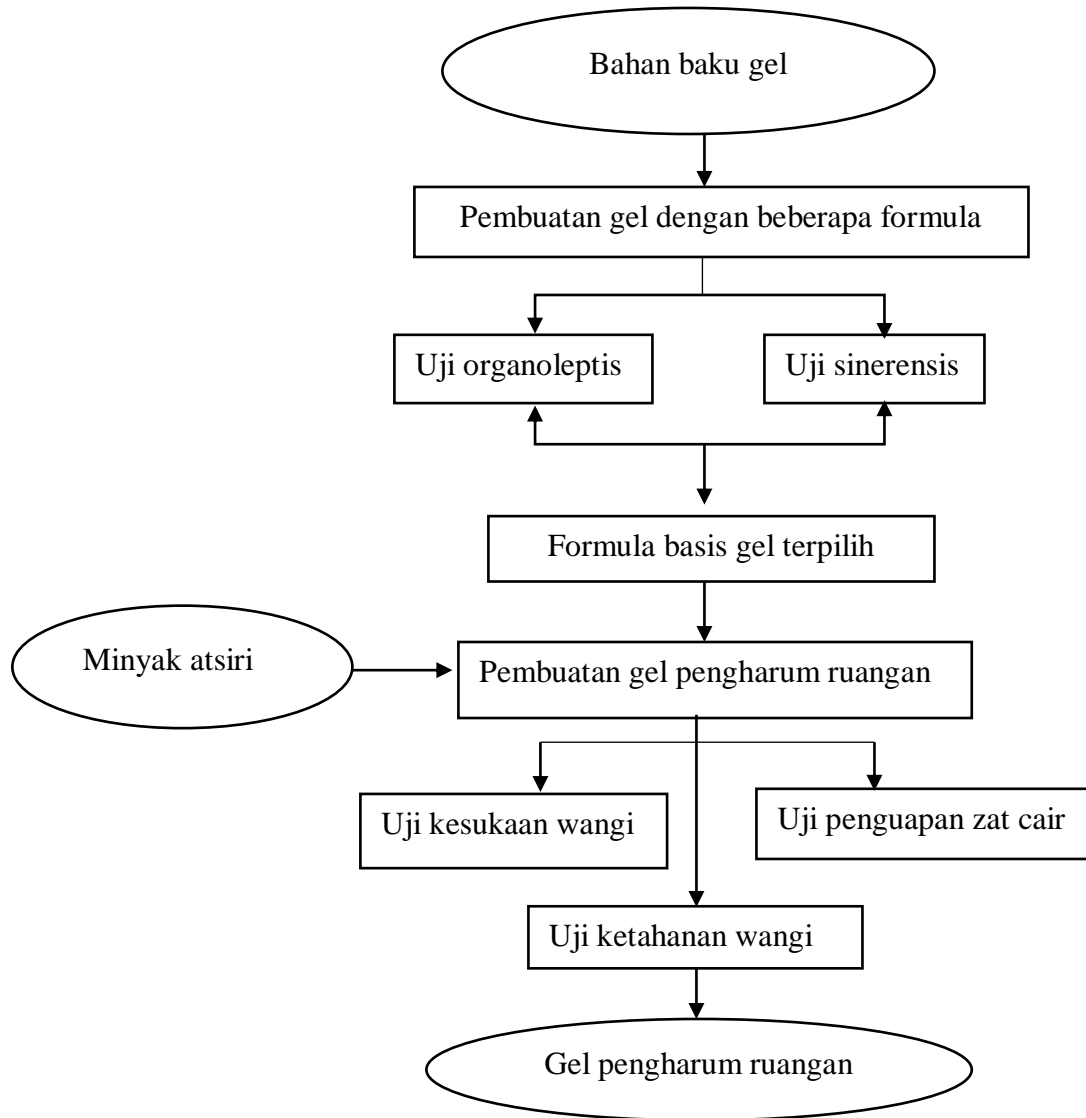
Data dilakukan pengujian dengan analisis deskriptif statistik pada pengujian kesukaan dan data yang diperoleh dari kuesioner ketahanan wangi ditabulasi dan ditentukan nilainya untuk setiap sediaan dengan mencari hasil rerata pada setiap panelis pada tingkat kepercayaan 95% (Badan Standarisasi Nasional 2006).

### F. Alur Pembuatan Minyak Akar Wangi



Gambar 1. Alur Penyulingan minyak atsiri akar wangi

### G. Alur Penelitian



Gambar 2. Alur Pembuatan gel pengharum ruangan