

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian berlokasi di Kawasan Hutan Dengan Tujuan Khusus (KHDTK) Pujon Hill. Penelitian ini meliputi pemanenan daun Pinus, penyimpanan daun Pinus hingga proses penyulingan daun Pinus menjadi minyak atsiri yang dilakukan pada bulan oktober-desember 2022 kemudian melakukan pengujian kualitas minyak atsiri pada bulan Januari-Februari 2023 yang dilakukan di Laboratorium Sentral Universitas Muhammadiyah Malang.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

a. Alat

Adapun alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu : seperangkat alat penyulingan dan kompor, spidol permanen, golok, tali raffia, timbangan digital, Karung, botol aqua 1.5L, botol kaca 10ml, suntikan, pignomrter, gelas ukur, labu ukur, oven, desikator, botol timbang, pipet tetes dan tallyshet.

b. Bahan

Adapun bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu Daun pinus yang berasal dari KHDTK Pujon Hill UMM, Malang, aquadest, etanol 70% dan 96%, minyak atsiri hasil penyulingan.

3.3 Rancangan penelitian

Metode analisis data yang digunakan yaitu dengan analisis varians dengan spesifikasi rancangan acak lengkap (RAL). Faktor-faktor yang akan diuji adalah A (perlakuan pada penyimpanan pinus), B (lama waktu penyulingan)

Tabel 3. 1 rancangan acak lengkap dengan percobaan faktorial (3x2):

Waktu Penyuligan	Lama Penyimpanan					
	3 hari	6 hari	9 hari	12 hari	15 hari	18 hari
2 jam	3H2J	6H2J	9H2J	12H2J	15H2J	18H2J
3 jam	3H3J	6H3J	9H3J	12H3J	15H3J	18H3J

Keterangan : H : hari J: jam

3.4 Metode Analisis data

Hasil uji akan dianalisis menggunakan metode deskriptif kuantitatif yaitu dengan cara mengumpulkan, menyusun, meringkas, mendeskripsikan dan menyajikan data dalam bentuk yang mudah dibaca. Statistik deskriptif hanya berhubungan dengan hal yang menguraikan atau memberikan keterangan-keterangan mengenai suatu data atau keadaan. Teknik analisis deskriptif kuantitatif adalah teknik yang digunakan untuk mengumpulkan, mengolah, menganalisis, serta menyajikan data secara deskriptif. Data dapat disajikan dalam bentuk grafik seperti plot atau diagram dan juga bisa dalam bentuk numerik. Hasil uji akan dibandingkan dengan standart minyak kayu putih *SNI 06-3954:2006*

3.4 Metode Pengambilan Sampel

Pengambilan sampel dilakukan dengan cara mengambil diambil dari 10 pohon secara *purposive sampling*. Sampel diambil pada pohon yang telah melewati daur produktif, yaitu diatas usia 30 tahun. Data usia pohon diperoleh dari hasil risalah hutan KHDTK Pujon. Dasar pengambilan sampel ini adalah keseragaman tempat tumbuh dan umur pohon. Posisi daun yang diambil adalah pucuk daun muda, karena daun dengan usia 2-3 bulan memiliki kandungan minyak

yang optimal (Br Sembiring & Manoi, 2015). Jumlah sampel daun yang diperlukan seluruhnya adalah sebanyak 60 kg pada masing-masing jenis, setiap sekali penyulingan digunakan sampel seberat 5 kg dengan masing-masing 2 kali ulangan namun lama waktu pemasakan berbeda yaitu 2 jam dan 3 jam hal ini dikarenakan terbatasnya sumber daya listrik dan gas di lokasi tersebut. perlakuan bahan yang dilakukan yaitu berdasarkan lama hari penyimpanan yang dibiarkan di tempat terbuka dengan selang waktu yang ditentukan yaitu 0 – 3 hari, 3 – 6 hari, 6 – 9 hari, 9 – 12 hari, 12 – 15 hari, 15 – 18 hari. Metode penyulingan dilakukan dengan metode penyulingan uap dan air (*water and steam distillation*). Saat ini, peralatan yang disiapkan oleh KHDTK Pujon hill adalah alat penyulingan dengan uap air.

3.6 Metode Penelitian

3.6.1 Penyulingan minyak atsiri

Penelitian ini dilakukan menggunakan metode penyulingan uap dan air (*water and steam distillation*), dengan tahapan-tahapan sebagai berikut:

- a) Memasukkan daun yang telah dibersihkan dari kotoran ke dalam ketel suling yang berisi air sebanyak 5 kg (pengisian tidak boleh dipadatkan/tidak terlalu penuh) dengan lama waktu penyulingan adalah 2 dan 3 jam, karena pada rentang waktu ini diperkirakan minyak atsiri yang dihasilkan sudah habis.
- b) Daun yang ada dalam ketel suling akan dipanasi oleh uap panas yang basah. Uap yang telah memasuki seluruh daun akan keluar melalui leher ketel suling menuju kondensor. Komponen yang terdapat di dalam uap yang telah melewati daun dan menuju kondensor tersebut berisi air dan mengandung minyak.

- c) Selanjutnya di dalam kondensor, uap yang terdiri dari minyak dan air akan diembunkan menjadi fase cair. Hal ini dapat diketahui dengan keluarnya destilat yang berupa cairan dari dalam kondensor. Destilat yang keluar tersebut tertampung dalam wadah pemisah air dan minyak. Minyak akan berada dilapisan atas yang selanjutnya diambil dan ditampung dalam botol.
- d) Minyak hasil Penyulingan kemudian diuji Karakteristik dan kualitasnya: menghitung rendemen, berat jenis, kelarutan, dan aroma.

3.6.2 Pengujian mutu minyak atsiri

Hasil penyulingan minyak atsiri daun Pinus yang telah dipisahkan antara air dan hasil minyaknya selanjutnya dilakukan pengujian karakteristiknya. Pengujian ini dilakukan di Laboratorium sentral Universitas Muhammadiyah Malang. Pengujian mutu pada minyak atsiri ini dibagi menjadi 2 yaitu :

A. Pengujian sifat fisik

Pengujian sifat fisik meliputi :

a. Rendemen

Pengujian rendemen dilakukan dengan cara :

1. Menyiapkan botol ukur sebanyak 12 buah kemudian beri label
2. Masukkan botol ukur kedalam oven selama ± 5 menit pada suhu 100°C
3. Menyimpan botol ukur kedalam desikator selama 10 menit kemudian timbang
4. Botol yang sudah ditimbang diisi menggunakan minyak atsiri menggunakan pipet tetes
5. Kemudian hitung nilai rendemen dengan rumus

$$\text{Rendemen} = \frac{\text{Output}}{\text{Input}} \times 100\%$$

Keterangan :

- *Output* = Berat minyak atsiri yang dihasilkan (gr)
- *Input* = Berat daun pinus sebelum dilakukan proses penyulingan (gr).

b. Uji berat jenis

Untuk pengujian berat jenis dilakukan dengan cara

1. menyiapkan pignometer sebanyak 12 buah kemudian beri label
2. Membersihkan pignometer kosong kemudian dikeringkan menggunakan tisu, setelah bersih pignometer ditimbang untuk mendapatkan berat kosong pignometer.
3. Pignometer diisi menggunakan sampel minyak atsiri menggunakan pipet tetes kemudian timbang untuk mendapatkan berat berisi minyak pada pignometer
4. Kemudian hitung menggunakan rumus

$$\text{Berat jenis} = \frac{\text{Pignometer berisi minyak} - \text{Pignometer kosong}}{\text{Volume Pignometer}} \times 100\%$$

c. Indeks bias

Analisa terhadap indeks bias dilakukan untuk menunjukkan kemampuan seluruh komponen minyak atsiri membiaskan cahaya yang melewati dan merubah arah sudut dari garis normal. Kadar air yang terkandung didalam minyak berbanding lurus dengan nilai indeks bias, semakin rendah nilai indeks bias yang terdapat didalam minyak maka kadar air yang terkandung didalam bahan juga semakin tinggi sedangkan kadar air yang tinggi pada minyak dapat menurunkan mutu minyak (Djonny, 2018).

Pengukuran indeks bias dilakukan dengan cara:

1. Menghidupkan alat refraktometer
 2. Prisma atas dan prisma bawah dipisahkan dengan membuka klem dan dibersihkan dengan mengoleskan kapas yang telah dibasahi dengan alkohol.
 3. Dialirkan air agar alat ini berada pada suhu dimana pembacaan akan dilakukan. Suhu tidak boleh berada lebih dari 20°C dari suhu referensi dan harus dipertahankan dengan toleransi $0,2^{\circ}\text{C}$.
 4. Cuplikan minyak sereh wangi sebanyak 1 ml diteteskan ke tas prisma atas lalu ditutup.
 5. Melalui teleskop dapat dilihat adanya bidang terang dan bidang gelap lalu skrup pemutar prisma diputar sedemikian rupa, sehingga bidang terang dan gelap terbagi atas dua bagian yang sama secara vertikal.
 6. Kemudian dibaca skala indeks biasnya.
 7. Suhu pengukuran dicatat sebagai faktor koreksi.
- d. Menentukan Aroma dengan Uji Organoleptik

Karena belum ada mesin atau alat yang dapat menggantikan kepekaan indera manusia, uji organoleptik dilakukan dengan memanfaatkan indera manusia dalam mengidentifikasi atribut sensori produk. Panelis dibutuhkan dalam melakukan pengujian ini. Panelis merupakan sebutan bagi orang-orang yang terlibat dalam rangkaian pengujian produk dan berlaku sebagai alat atau instrumen dalam uji organoleptik. Panelis berfungsi untuk menilai mutu produk dan menganalisis sifat-sifat atau atribut sensori produk yang mereka uji. Jumlah dan kriteria panelis yang digunakan dalam pengujian pun berbeda-beda,

tergantung fungsi dan tujuan pengujian pada produk tersebut. Menurut SNI (01-2346-2006) untuk panelis yang tidak terlatih berjumlah 30 orang dengan kriteria panelis berusia 20-50 tahun dalam kondisi sehat (tidak kehilangan indra penciuman).

B. Pengujian sifat kimia

Pengujian sifat kimia meliputi

e. Kelarutan

untuk uji kelarutan dilakukan dengan cara

1. Menyiapkan larutan etanol 70% sebanyak 50ml dan masukkan kedalam labu ukur
2. Menyiapkan gelas ukur berukuran 10ml sebanyak 12 buah, tata di dalam rak kemudian beri label
3. Memasukkan sampel minyak atsiri pinus kedalam gelas ukur sebanyak 8 tetes
4. Memasukkan larutan etanol setetes demi setetes dan setiap penambahan etanol gelas ukur sambil dikocok sampai memperoleh larutan sebening mungkin.
5. Apabila larutan tersebut tidak bening maka bandingkan kekeruhan yang terjadi antar sampel.

Tabel 3. 2 syarat mutu minyak kayu putih SNI 06-3954:2006

no	Parameter	persyaratan
1.	Warna	Jernih sampai kuning kehijauan
2.	Bau	Khas minyak kayu putih
3.	Bobot jenis 20°C/20°C	0,900-0,930

4.	Indeks bias (n_D^{20})	1,450-1,470
5.	Kelarutan dalam etanol 70%	1:1 sampai 1:10
6.	Putaran optic	(-) 4° s/d 0°
7.	Kadar sineol	50%-60%

