

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Waktu penelitian dilaksanakan pada bulan Februari sampai dengan bulan Agustus 2023. Penelitian dilakukan di laboratorium riset Kimia Atsiri Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Pendidikan Indonesia dan daerah Gegerkalong, Bandung, Jawa Barat.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan pada program dalam penelitian ini meliputi perangkat keras dengan spesifikasi sebagai berikut: Prosesor 11th Gen Intel(R) Core(TM) i5-11300H @3.10GHz (8CPUs), ~3.1GHz, RAM 8GB, dengan operasi Windows 11 Home Single Language 64 bit. Perangkat lunak yang digunakan yaitu MATLAB.

Adapun alat yang digunakan dalam formulasi parfum meliputi timbangan, mikropipet dan tip, pipet tetes, botol parfum, dan spatula.

3.2.2 Bahan

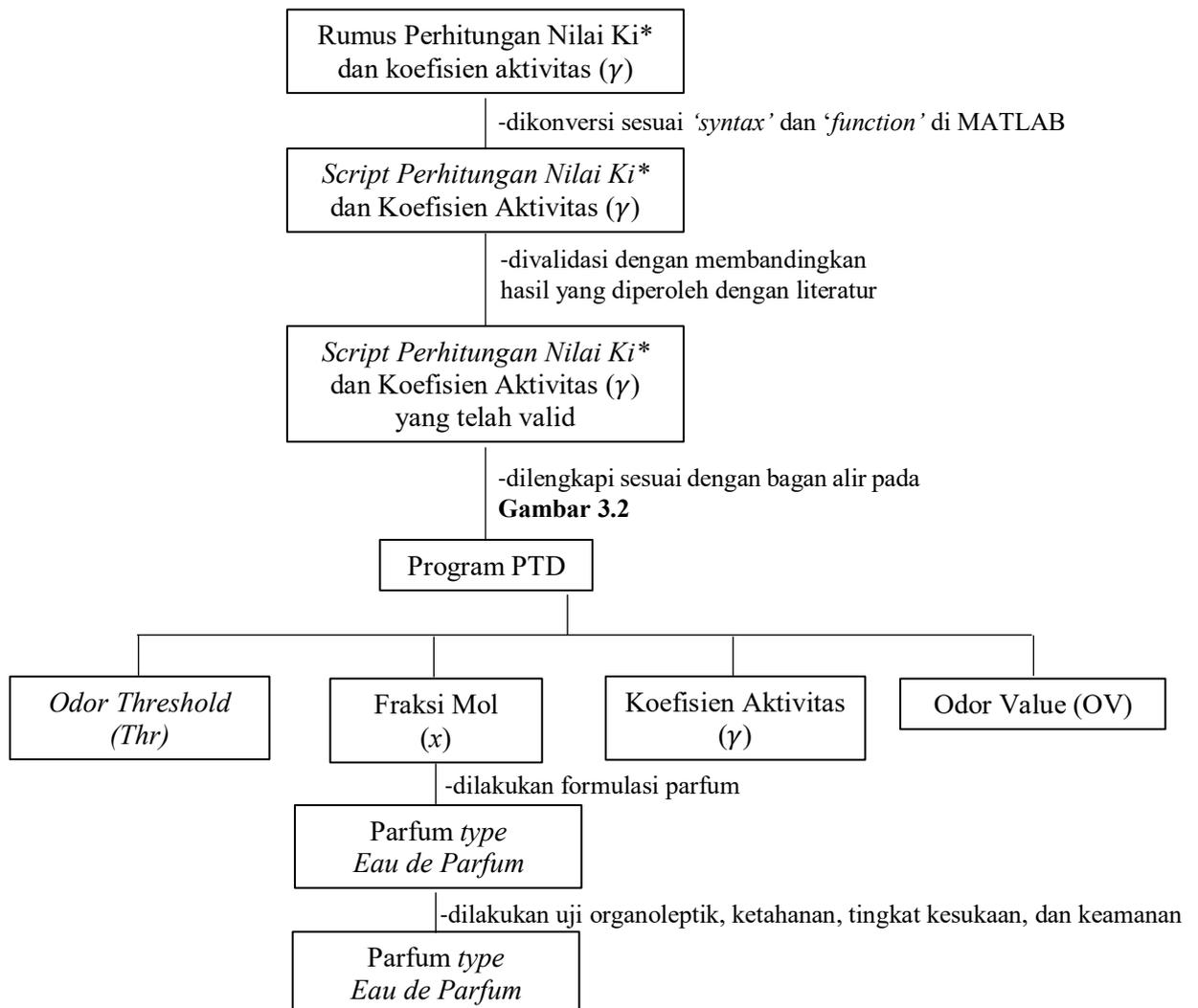
Bahan yang digunakan untuk validasi program koefisien aktivitas (γ_i) dan nilai K_i^* yaitu limonena (*top note*), geraniol (*middle note*), vanillin (*base note*) dan etanol (pelarut). Data-data yang diperlukan seperti fraksi mol, massa molekul relatif (g/mol), tekanan uap jenuh (Pa), dan *odor threshold* (g/mol) diperoleh dari literatur (Mata & Rodrigues, 2006) serta data-data parameter UNIFAC diperoleh dari *database* (Poling *et al.*, 2004; Fredenslund *et al.*, 1975).

Bahan yang digunakan untuk penentuan komposisi parfum yaitu limonena (*top note*), frukton (*middle note*), ambroxan (*base note*) dan etanol (pelarut). Data-data yang diperlukan seperti fraksi mol, massa molekul relatif (g/mol), tekanan uap jenuh (Pa), dan *odor threshold*

(g/mol) diperoleh dari literatur (Mata & Rodrigues, 2006; Api *et al.*, 2014; Teixeira *et al.*, 2009) serta data-data parameter UNIFAC diperoleh dari *database* (Poling *et al.*, 2004; Fredenslund *et al.*, 1975).

Adapun bahan yang digunakan dalam formulasi parfum meliputi limonena, frukton, ambroxan, dan etanol, serta *papper test*.

3.3 Desain Penelitian



Gambar 3.1 Desain Penelitian Formulasi Parfum menggunakan Pendekatan PTD

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Validasi Program

Perhitungan seluruh data yang diperlukan dan proses pembuatan

PTD dilakukan melalui *script* yang dijalankan di MATLAB. Setiap rumus perhitungan diubah dari bahasa matematis menjadi bahasa program dengan memperhatikan kondisi-kondisi tertentu. Data-data yang diperlukan untuk validasi program diperoleh dari (Mata & Rodrigues, 2006) dan dibandingkan dengan data hasil perhitungan di MATLAB. Pada pekerjaan ini, data yang divalidasi merupakan data campuran non ideal. Jika hasil perhitungan pada MATLAB memiliki salah satu persen kesalahan 0%, maka program ini dikatakan valid atau bisa digunakan lebih lanjut.

3.4.1.1 Koefisien Aktivitas (γ)

Perhitungan koefisien aktivitas (γ_i) dilakukan di MATLAB. Ditentukan jumlah kelompok dan subkelompok UNIFAC yang terdapat di setiap molekul dalam campuran parfum. Data yang digunakan dalam percobaan disamakan dengan literatur (Teixeira *et al.*, 2009) untuk sistem 1 karena senyawa yang digunakan sama yaitu campuran limonen (A), geraniol (B), dan vanilin (C) dengan pelarut etanol (S). Kemudian ditentukan parameter interaksi kelompok-kelompok UNIFAC, amn dalam Kelvin. Seluruh data yang diperlukan terkait parameter kelompok dan subkelompok dapat diperoleh dari *database* (Poling *et al.*, 2004; Fredenslund *et al.*, 1975). Data-data yang sudah ditentukan ditambahkan ke dalam program sebagai variabel dalam bentuk matriks. Lalu, Perhitungan koefisien aktivitas secara matematis di konversi menjadi program untuk berbagai campuran. Kemudian dihitung persen kesalahannya. Dalam penelitian ini, digunakan 6 variasi komposisi campuran yang ditunjukkan pada **Tabel 3.1**.

Tabel 3.1 Variasi Komposisi Campuran untuk Validasi

Campuran	Fraksi Mol Senyawa			
	x_A	x_B	x_C	x_S
P1	0,780	0,200	0,020	0,000
P2	0,400	0,400	0,200	0,000
P3	0,390	0,100	0,010	0,500
P4	0,200	0,200	0,100	0,500
P5	0,234	0,060	0,006	0,700
P6	0,120	0,120	0,060	0,700

(Sumber : Teixeira *et al.*, 2009)

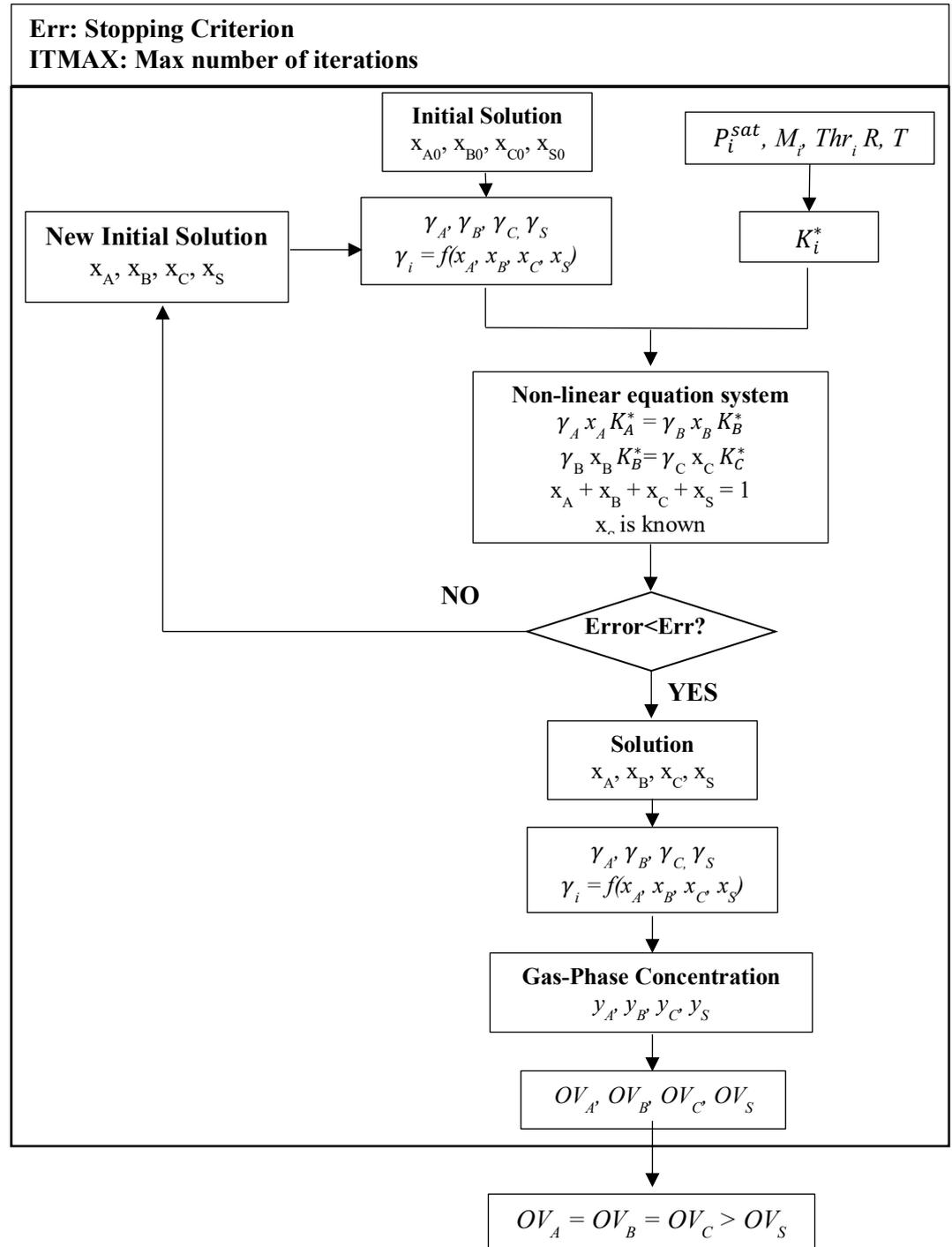
Program koefisien aktivitas dianggap valid jika terdapat salah satu persen 0%. Jika masih terdapat persen kesalahan < 10%, program masih bisa digunakan lebih lanjut untuk penentuan komposisi campuran. Validasi berikutnya dapat dilihat dari hasil OV yang diperoleh dari penentuan komposisi parfum. Jika OV senyawa wangi yang dihasilkan hampir sama, maka program koefisien aktivitas dianggap valid.

3.4.1.2 Program Nilai K_i^*

Persamaan untuk memperoleh nilai K_i^* dikonversi menjadi program di MATLAB. Senyawa yang digunakan dalam percobaan ini dibuat sama dengan senyawa yang terdapat dalam literatur (Mata & Rodrigues, 2006) yaitu limonen (A), geraniol (B), dan vanilin (C) dengan pelarut etanol (S). Data-data yang sudah ditentukan ditambahkan ke dalam program sebagai variabel dalam bentuk matriks. Lalu, Perhitungan koefisien aktivitas secara matematis di konversi menjadi program untuk berbagai campuran. Kemudian dihitung persen kesalahannya.

3.4.2 Penentuan *Odor Threshold (Thr)*, Fraksi Mol (x), Koefisien Aktivitas (γ), dan Odor Value (OV) Hasil Perhitungan Program PTD

Penentuan komposisi parfum dilakukan menggunakan program PTD di MATLAB. Program koefisien aktivitas dan K_i^* yang telah di validasi digunakan lebih lanjut untuk penentuan komposisi parfum. Penentuan komposisi parfum ditunjukkan pada diagram alir pada **Gambar 3.2**.



Gambar 3.2 Bagan Alir Penentuan Komposisi Parfum

Ket:

x_{A0} = Fraksi mol random senyawa A (Limonena)

x_{B0} = Fraksi mol random senyawa B (Frukton)

x_{C0} = Fraksi mol random senyawa C (Ambroxan)

x_{S0} = Fraksi mol random senyawa S (Etanol)

x_A = Fraksi mol senyawa A (Limonena)

x_B = Fraksi mol senyawa B (Frukton)

x_C = Fraksi mol senyawa C (Ambroxan)

x_S = Fraksi mol senyawa S (Etanol)

γ_A = Koefisien aktivitas senyawa A (Limonena)

γ_B = Koefisien aktivitas senyawa B (Frukton)

γ_C = Koefisien aktivitas senyawa C (Ambroxan)

γ_S = Koefisien aktivitas senyawa S (Etanol)

P_i^{sat} = Tekanan uap jenuh senyawa i (Pa)

M = massa molekul relatif (g/mol)

Thr = odor threshold (g/m³)

R = Konstanta gas ideal (Pa.m³.K⁻¹.mol⁻¹)

T = Suhu mutlak (K)

K_i^* = *Function* sifat fisik senyawa

K_A^* = *Function* sifat fisik senyawa A (Limonena)

K_B^* = *Function* sifat fisik senyawa B (Frukton)

K_C^* = *Function* sifat fisik senyawa C (Ambroxan)

Penentuan komposisi parfum menggunakan program PTD berdasarkan **Gambar 3.2** dilakukan menggunakan metode iterasi (pengulangan) dimana *initial solution* dibuat secara random. Kemudian dihitung koefisien aktivitas (γ). Disamping itu, semua data sifat fisik diperoleh dari literatur kecuali *odor threshold* frukton yang dilakukan pengukuran menggunakan olfaktometer di *Olfasense Odor Lab* Belanda. Semua data sifat fisik yang diperoleh kemudian dihitung yang diwakili *function* K_i^* . Semua data yang telah dihitung, dimasukkan ke persamaan non-linier. Persamaan non-linier digunakan sebagai syarat initial solution bisa diterima dan dihitung lebih lanjut. Persamaan non-linier diselesaikan

melalui metode Newton-Raphson menggunakan nilai Jacobian. Jika hasilnya memenuhi *stopping criterion*, maka nilai diperoleh diterima dan akan dihasilkan *solution* berupa fraksi mol senyawa yang akan digunakan dalam formulasi parfum. Namun, jika hasilnya tidak memenuhi *stopping criterion*, maka nilai diperoleh ditolak, dan akan kembali ke tahap awal. Dari fraksi mol yang diperoleh, kemudian dihitung koefisien aktivitas, konsentrasi fasa gas, dan OV dari masing-masing senyawa dalam campuran. Program koefisien aktivitas yang digunakan merupakan program yang telah divalidasi. Sedangkan, program konsentrasi fasa gas dan OV dibuat dengan mengkonversi persamaan yang digunakan untuk menghitung nilai-nilai tersebut menjadi Bahasa pemrograman. Data fraksi mol (*initial solution*) juga dihitung lebih lanjut untuk menentukan koordinat pada diagram PTD. Diagram PTD dibuat pada MATLAB menggunakan *tools* 'ternaryplot'.

3.4.3 Formulasi Parfum

Formulasi parfum dibuat berdasarkan data fraksi mol yang telah diperoleh dari program PTD. Senyawa yang digunakan yaitu limonene (top note), frukton (middle note), dan ambroxan (base note) dengan pelarut etanol. Parfum dibuat dengan *tipe eau de parfum* dengan konsentrasi 15%. Parfum yang dibuat kemudian diuji secara organoleptik meliputi uji kejernihan, homogenitas, bebas partikel, dan uji aroma menggunakan metode (Gunawan & Rahayu., 2021) berdasarkan standar SNI 16-4949-1989; uji ketahanan wangi (Gunawan & Rahayu., 2021); uji tingkat kesukaan serta uji iritasi dan alergi dilakukan menggunakan 30 responden tidak terlatih.

Uji organoleptik dilakukan dengan meneteskan 1 ml *juice* parfum (parfum sebelum diencerkan) menggunakan mikropipet pada cawan petri dan dilakukan 5 kali pengulangan. Kemudian diamati kejernihan, homogenitas, bebas partikel. Karakteristik parfum baik jika sesuai dengan standar SNI 16-4949-1989. Uji aroma dilakukan dengan menyemprotkan parfum pada *papper test* sebanyak dua semprotan dengan lima kali

pengulangan kemudian didiamkan selama satu menit selanjutnya dilakukan penilaian aroma dengan menghirup melalui hidung. Hasil memenuhi syarat jika aroma parfum yang tercium karakteristik aroma campuran.

Uji ketahanan wangi dilakukan dengan menyemprotkan *juice* parfum pada *paper test* kemudian dilakukan penilaian mulai dari jam pertama (ke-1) sampai jam keempat (ke-6) (Gunawan & Rahayu., 2021). Hasil dikatakan memenuhi syarat bila setelah jam keempat (ke-6) aroma parfum masih dapat terdeteksi oleh indra penciuman dengan jarak 10 cm dari hidung.

Uji tingkat kesukaan dilakukan menggunakan responden tidak terlatih sebanyak 30 orang. Responden diminta untuk mencium aroma parfum kemudian diberikan formulir yang harus diisi berupa uji kesukaan dan tingkat kesukaan. Uji kesukaan dilakukan dengan memberikan pilihan suka atau tidak suka. Penilaian tingkat kesukaan diberikan dengan bobot empat kriteria (sangat tidak suka = 1, tidak suka = 2, suka = 3, dan sangat suka = 4 (Gunawan & Rahayu., 2021).

Uji keamanan meliputi uji iritasi dan alergi untuk mengetahui resiko alergi dari penggunaan parfum. Setiap responden diberikan 1 botol sampel parfum, kemudian disemprotkan pada kulit dua hari sekali selama tujuh hari. Diamati reaksinya setiap hari. Jika reaksinya biasa saja maka diberi bobot 1, 2 untuk kulit menjadi kemerahan, 3 jika kulit menjadi gatal-gatal, dan 4 jika timbul benjolan di kulit.