

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam rentang waktu dari bulan Maret hingga Agustus 2023. Pemrograman diselesaikan menggunakan platform MATLAB. Analisis *odor threshold* dikerjakan di Laboratorium Olfasense B.V Zekeringstraat 48 1014 BT Amsterdam, Belanda. Formulasi parfum dan evaluasi mutu fisik parfum di Laboratorium Riset Formulasi, Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Pendidikan Indonesia, Bandung, Jawa Barat.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan untuk pemrograman dan pengujian validasi program Ki^* dan koefisien aktivitas (γ) metode *Perfumery Ternary Diagram* (PTD) yaitu perangkat keras dengan karakteristik teknis sebagai berikut: prosesor AMD E2-7015 *Dual-Core* 1,5GHz, RAM 4GB DDR4-1866MHz *Onboard*, *hard disk* 1TB 5400rpm SATA, dengan sistem operasi Microsoft Windows 10 *Home Single Language* 64 bit. Perangkat lunak yang digunakan adalah *Matrix Laboratory* atau MATLAB (Chapman, 2000; Chapra & Canale, 2002).

Alat yang digunakan untuk menganalisis *odor threshold*, yaitu *olfactometer* (Dach & Schiberle, 2021). Adapun alat untuk formulasi parfum dan evaluasi mutu fisik adalah timbangan ($\pm 0,01$ gram), 7 botol tutup press (15 mL), 30 botol tutup semprot (25 mL), pipet tetes (5 buah), dan cawan petri (5 buah).

3.2.2 Bahan

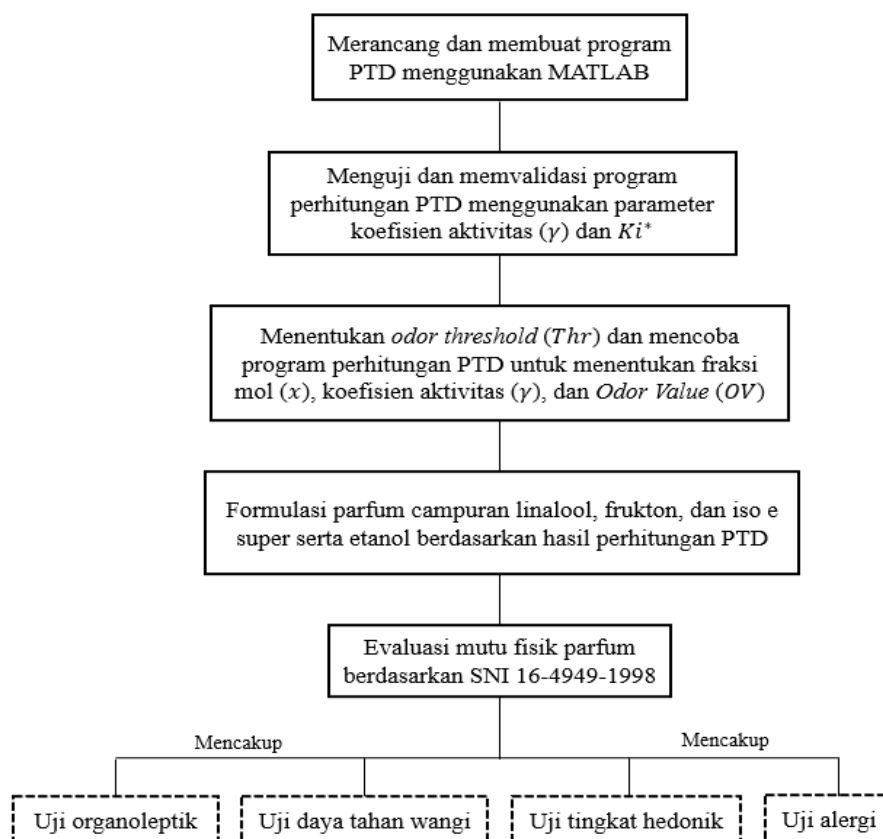
Bahan yang digunakan dalam pengujian validasi program Ki^* dan koefisien aktivitas (γ) metode *Perfumery Ternary Diagram* (PTD) adalah data literatur dari artikel/jurnal terindeks (Mata & Rodrigues, 2006), meliputi fraksi mol (x), massa molekul relatif (M_r , g/mol), tekanan uap jenuh (P^{sat} , Pa), dan *odor threshold* (Thr , g/m³) serta *database* parameter spesifikasi UNIFAC (Fredenslund, dkk. 1975; Poling, dkk. 2001) untuk masing-masing komponen murni limonena (C₁₀H₁₆), geraniol (C₁₀H₁₈O), vanillin (C₈H₈O₃), dan etanol (C₂H₅OH).

Bahan yang digunakan untuk menentukan proporsi komposisi parfum hasil pemrograman, yaitu linalool ($C_{10}H_{18}O$), frukton ($C_8H_{14}O_4$), iso e super ($C_{16}H_{26}O$), dan etanol (C_2H_5OH). Data-data yang digunakan, yaitu koefisien aktivitas (γ) {meliputi suhu (T), fraksi mol (x) *initial solution*, struktur setiap komponen dalam campuran, dan parameter spesifikasi interaksi antar komponen yang disajikan dalam sebuah database} (Fredenslund, dkk. 1975; Poling, dkk. 2001) dan Ki^* {mencakup massa molekul (Mr), tekanan uap jenuh (P^{sat}), *odor threshold* (Thr), suhu (T), dan konstanta gas ideal (R)}, fraksi mol (x) *solution*, konsentrasi *headspace* (C^g) {meliputi, fraksi mol (x) *solution*, massa molekul (Mr), tekanan total (P), konstanta gas ideal (R), dan suhu (T)} serta *odor threshold* (Thr) untuk menentukan *odor value* (OV)

Bahan yang digunakan untuk formulasi parfum dan evaluasi mutu fisik parfum adalah sediaan bahan wewangian murni linalool ($C_{10}H_{18}O$), frukton ($C_8H_{14}O_4$), iso e super ($C_{16}H_{26}O$), dan pelarut etanol (C_2H_5OH) serta *papper test*.

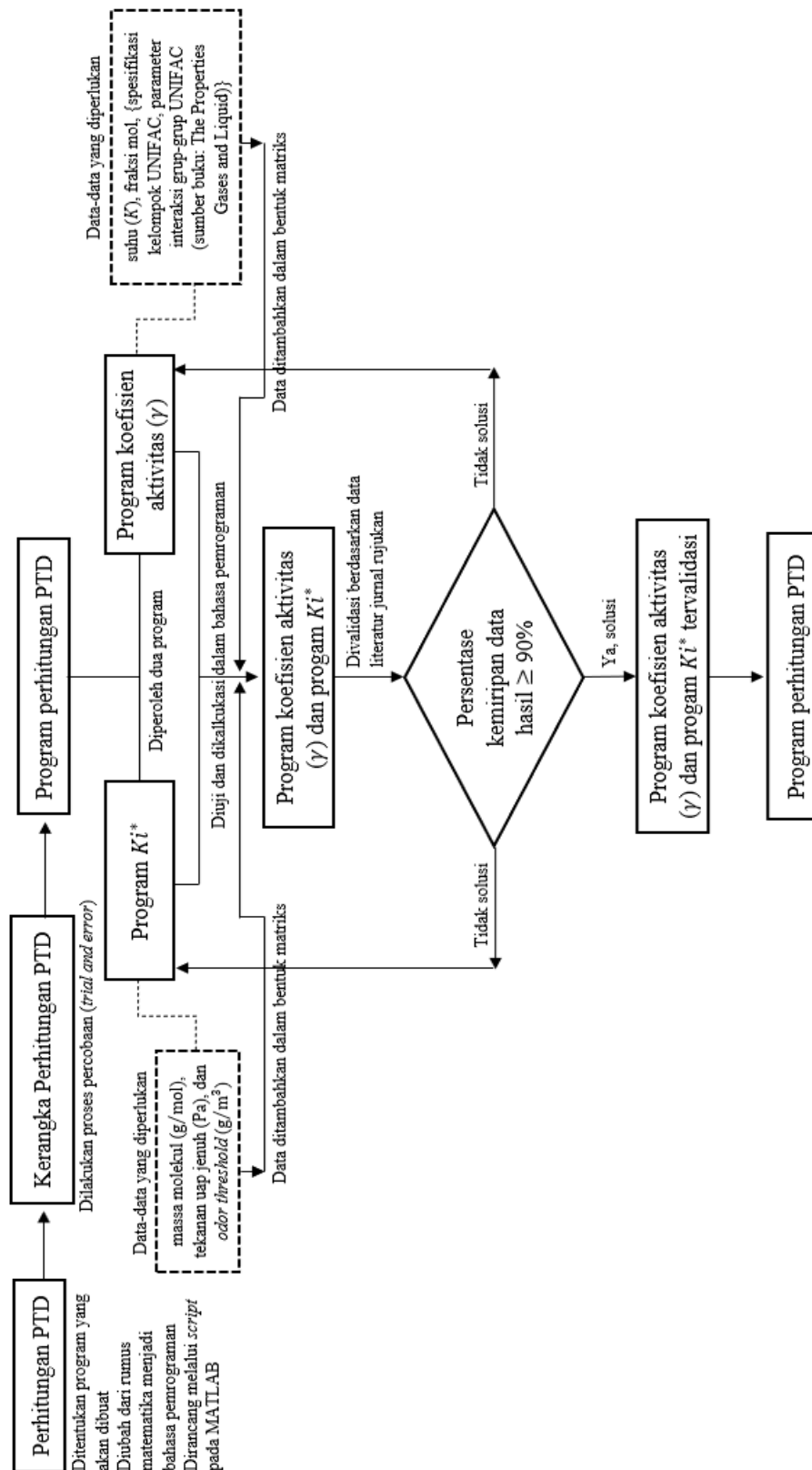
3.3 Desain Penelitian

Bagan alir pada Gambar 3.1 menunjukkan tahapan utama dalam penelitian ini.

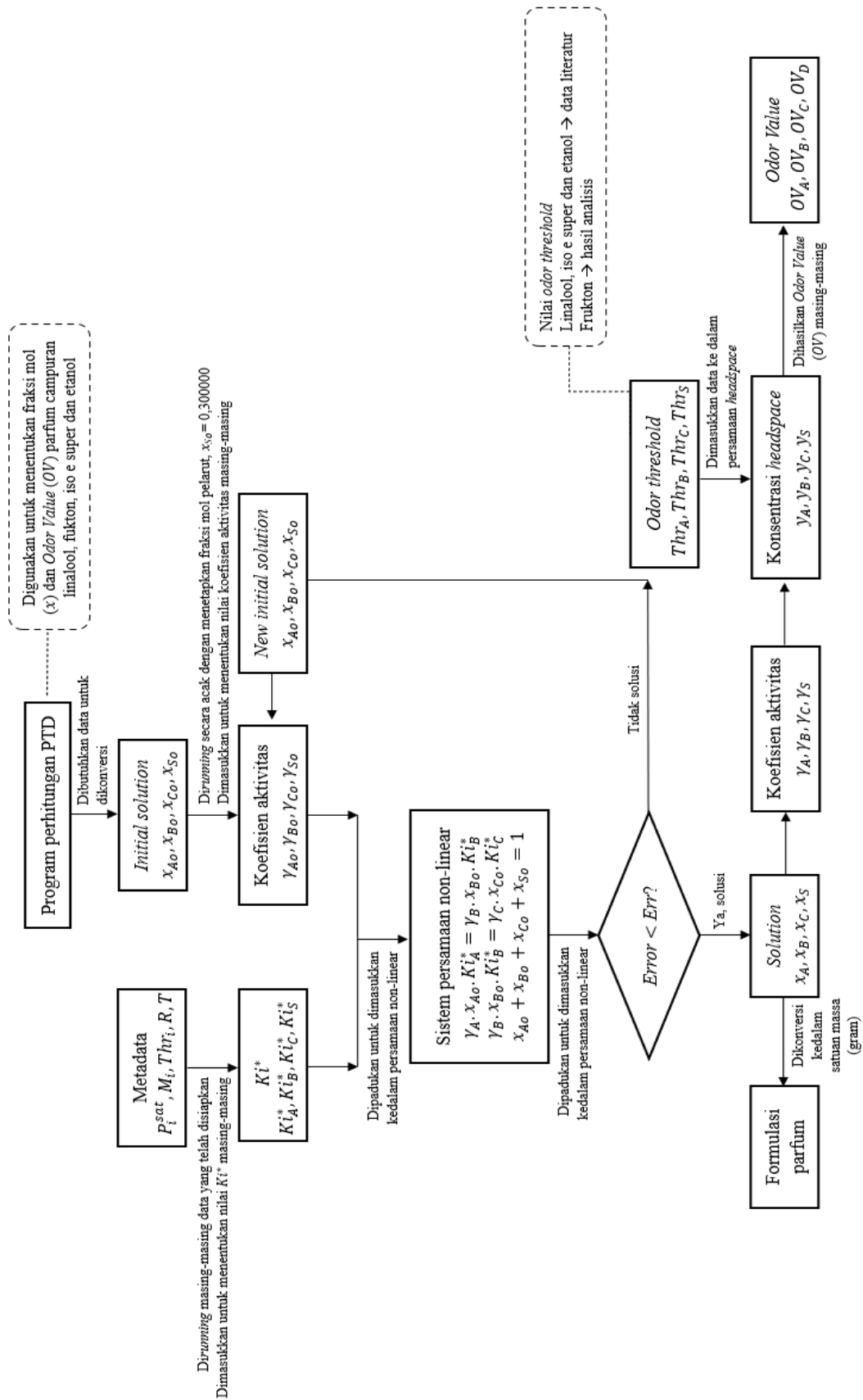


Gambar 3.1 Kerangka Tahapan Utama pada Penelitian Formulasi Parfum

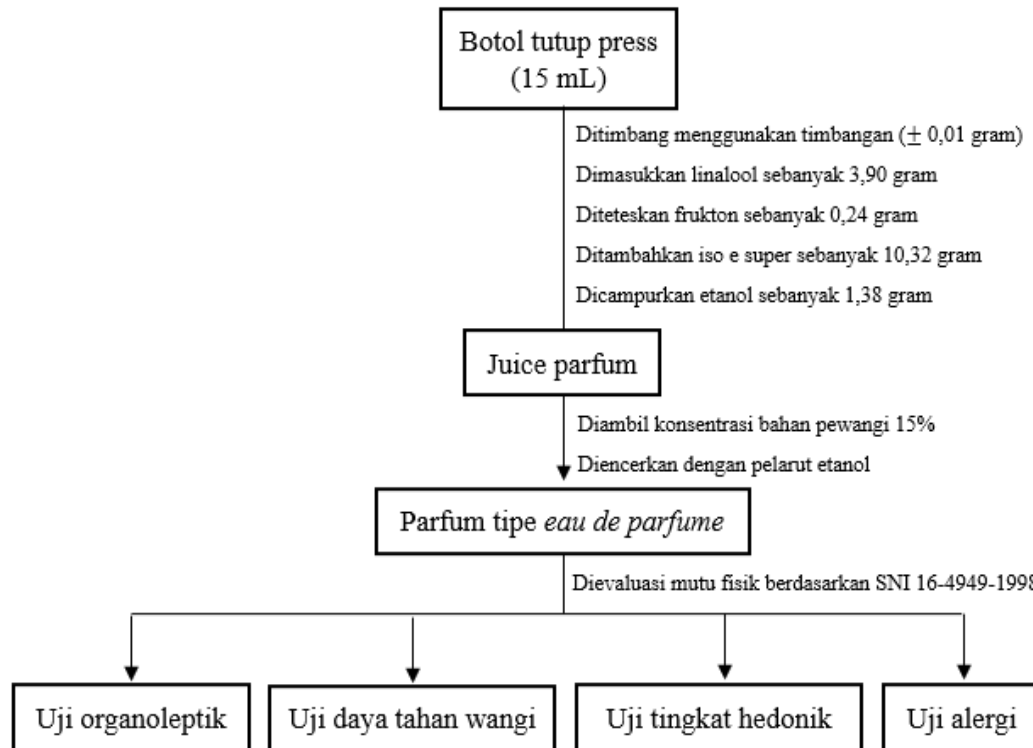
Rangkaian tahapan utama penelitian, kemudian dirincikan menjadi beberapa langkah seperti ditunjukkan pada Gambar 3.2, Gambar 3.3, dan Gambar 3.4.



Gambar 3.2 Diagram Alir Proses Validasi Program Perhitungan PTD



Gambar 3.3 Bagan Alir Penentuan Komposisi Parfum dan *Odor Value* (OV)



Gambar 3.4 Bagan Alir Formulasi Parfum dan Evaluasi Mutu Fisik Parfum

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Pembuatan dan Validasi Program

Pemrograman dilakukan menggunakan platform MATLAB yang dapat diunduh tanpa berbayar atau diakses secara *online* melalui <https://matlab.mathworks.com/>. Rumus perhitungan yang akan diolah, dikonversi terlebih dahulu dari bahasa matematika menjadi bahasa komputer (*coding*) dengan memperhatikan *syntax* dan *function* tertentu sampai menghasilkan ketepatan algoritma perhitungan. Program yang dibuat, yakni program koefisien aktivitas (γ) dan program Ki^* yang memiliki peran dalam menghasilkan komposisi parfum secara matematis.

Validasi dilakukan dengan membandingkan hasil pengolahan dari program yang dibuat di MATLAB dengan data pada artikel/jurnal yang di rujuk. Hasil perhitungan program dapat diterima atau dikatakan valid jika memiliki persentase kesalahan atau % *error* sistem campuran dengan rentang nilai $< 10\%$ (Gandjar & Rohman, 2007). Adapun rumus menghitung persentase kesalahan atau % *error* menurut Guang dkk. (1995) ditunjukkan pada persamaan 3.1 berikut.

$$\% \text{ error} = \left| \frac{\text{nilai eksperimental} - \text{nilai teoretis}}{\text{nilai teoretis}} \right| \times 100 \quad (3.1)$$

Dalam ilmu statistik, mencari nilai absolut tidak perlu menghiraukan arah nilai yang terlalu tinggi (positif) atau nilai yang terlalu rendah (negatif). Tujuannya hanya untuk mengetahui seberapa besar perbedaan antara nilai eksperimental dan nilai teoretis.

3.4.1.1 Program Koefisien Aktivitas (γ)

Sumber rujukan yang digunakan sebagai pembanding program koefisien aktivitas (γ) adalah Teixeira dkk. (2009) yang berjudul *The Diffusion of Perfume Mixture and the Odor Performance*. Beberapa komponen yang digunakan adalah spesifikasi kelompok UNIFAC berupa data volume (R_j), luas permukaan (Q_j) yang disesuaikan pada pemotongan kelompok setiap sampel yang dipilih, serta banyaknya jumlah grup (v_j) dari pemotongan kelompok setiap sampel, kemudian suhu (T), parameter interaksi grup-grup UNIFAC (a_{mn}) yang berasal dari 'main number' kelompok setiap senyawa pada spesifikasi kelompok UNIFAC dan fraksi mol (x) (Poling, dkk. 2001) yang divariasikan ke dalam enam campuran seperti yang disajikan pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Variasi Komposisi Campuran

Campuran (C)	Fraksi mol (x) komponen			
	x_A	x_B	x_C	x_S
C1	0,780	0,200	0,020	0,000
C2	0,400	0,400	0,200	0,000
C3	0,390	0,100	0,010	0,500
C4	0,200	0,200	0,100	0,500
C5	0,234	0,060	0,006	0,700
C6	0,120	0,120	0,060	0,700

Keterangan:

C: sistem campuran komponen parfum.

x_A : fraksi mol *top note*, limonena.

x_B : fraksi mol *middle note*, geraniol.

x_C : fraksi mol *base note*, vanillin.

x_S : fraksi mol pelarut, etanol.

(Teixeira, dkk. 2009)

Seluruh data yang sudah melengkapi rumus persamaan ditambahkan dalam bentuk matriks sebagai variabel dalam program. Selanjutnya, rumus matematis diolah menjadi *coding* untuk setiap campuran dan kemudian dihitung persentase kesalahan (%) hasil pembacaan perbandingan nilai keduanya.

3.4.1.2 Program Ki^*

Referensi pembanding program Ki^* bersumber dari artikel/jurnal yang diterbitkan oleh Mata & Rodrigues (2006) dengan judul *A New Methodology for the Definition of Odor Zones in Perfumery Ternary Diagram*. Pengolahan data program Ki^* sama halnya seperti yang dilakukan pada program koefisien aktivitas (γ). Kumpulan data yang diperlukannya adalah massa molekul (M_r), tekanan uap jenuh (P^{sat}), *odor threshold* (Thr), suhu (T) dan tetapan konstanta gas ideal (R).

3.4.2 Penentuan Komposisi Parfum dan *Odor Value* (OV)

Program koefisien aktivitas (γ) dan program Ki^* yang telah dikatakan lulus uji sebagai perangkat perhitungan PTD dapat digunakan lebih lanjut untuk menentukan komposisi parfum (Gambar 3.3). Penentuan komposisi parfum melalui pemrograman, mengadopsi metode iterasi (pengulangan) yang digunakan untuk memperoleh nilai fraksi mol (x) yang akan dijadikan sebagai proporsi setiap komponen pada proses formulasi.

Adapun tahapan dalam menentukan nilai fraksi mol (x) adalah menentukan *initial solution* atau solusi awal untuk ketiga bahan wewangian secara *random* dengan konsentrasi pelarut dibuat konstan sebesar 0,30 dan hasil kumulatif keempat komponen berjumlah 1,00. Selanjutnya, dihitung koefisien aktivitas (γ) dan Ki^* berdasarkan program yang telah dibuat dan divalidasi. Kumpulan data yang digunakan merujuk pada literatur yang bersifat kredibel, kecuali data *odor threshold* frukton dianalisis menggunakan *olfactometer*. Tabel 3.2 menunjukkan informasi parameter koefisien aktivitas (γ) pada masing-masing komponen.

Tabel 3.2 Parameter Koefisien Aktivitas (γ) Sampel

No.	Komponen	Rumus molekul	Spesifikasi grup	<i>Main no.</i>	Banyaknya jumlah spesifikasi grup (v_j)	Volume spesifikasi grup (R_j)	Luas permukaan spesifikasi grup (Q_j)
1	Linalool	$C_{10}H_{18}O$	CH_3	1	3	0,9011	0,848

			CH_2	1	2	0,6744	0,540
			C	1	1	0,2195	0,000
			$CH_2 = CH$	2	1	1,3454	1,176
			$CH = C$	2	1	0,8886	0,676
			OH	5	1	1,0000	1,200
2	Frukton	$C_8H_{14}O_4$	CH_3	1	2	0,9011	0,848
			C	1	1	0,2195	0,000
			CH_2CO	9	1	1,4457	1,180
			CH_2O	13	3	0,9183	0,780
3	Iso E Super	$C_{16}H_{26}O$	CH_3	1	4	0,9011	0,848
			CH_2	1	5	0,6744	0,540
			CH	1	1	0,4469	0,228
			C	1	2	0,2195	0,000
			$C = C$	2	1	0,6605	0,485
			CH_3CO	9	1	1,6724	1,488
4	Etanol	C_2H_5OH	CH_3	1	1	0,9011	0,848
			CH_2	1	1	0,6744	0,540
			OH	5	1	1,0000	1,200

Kemudian, ditentukan spesifikasi kelompok UNIFAC dari setiap komponen yang digabungkan ke dalam data parameter interaksi grup-grup UNIFAC (a_{mn}) berdasarkan 'main number' dari urutan terkecil sampai terbesar pada temperatur 25°C yang disajikan pada Tabel 3.3.

Tabel 3.3 Nilai Interaksi Grup-grup UNIFAC Sampel

a_{mn}	1	1	1	1	2	2	2	5	9	9	13
1	0,0	0,0	0,0	0,0	86,02	86,02	86,02	986,5	476,4	476,4	251,5
1	0,0	0,0	0,0	0,0	86,02	86,02	86,02	986,5	476,4	476,4	251,5
1	0,0	0,0	0,0	0,0	86,02	86,02	86,02	986,5	476,4	476,4	251,5
1	0,0	0,0	0,0	0,0	86,02	86,02	86,02	986,5	476,4	476,4	251,5
2	-35,36	-35,36	-35,36	-35,36	0,0	0,0	0,0	524,1	182,6	182,6	214,5
2	-35,36	-35,36	-35,36	-35,36	0,0	0,0	0,0	524,1	182,6	182,6	214,5
2	-35,36	-35,36	-35,36	-35,36	0,0	0,0	0,0	524,1	182,6	182,6	214,5
5	156,4	156,4	156,4	156,4	457,0	457,0	457,0	0,0	84,00	84,00	28,06
9	26,76	26,76	26,76	26,76	42,92	42,92	42,92	164,5	0,0	0,0	-103,6
9	26,76	26,76	26,76	26,76	42,92	42,92	42,92	164,5	0,0	0,0	-103,6
13	83,36	83,36	83,36	83,36	26,51	26,51	26,51	237,7	191,1	191,1	0,0

Adapun parameter yang digunakan dalam program Ki^* sekaligus disimbolkan sebagai konstanta Ki^* , yaitu data sifat fisik sampel yang disediakan pada Tabel 3.4.

Tabel 3.4 Sifat Fisik Sampel Sebagai Parameter Ki^*

No.	Komponen	Mr (gmol^{-1})	P^{sat} (Pa)	Thr (gm^{-3})
1	Linalool	154,25	$1,1385 \times 10^2$	$3,72 \times 10^{-4}$
2	Frukton	174,19	$1,8130 \times 10^1$	$4,06 \times 10^{-6}$
3	Iso E Super	238,40	$7,1700 \times 10^{-2}$	$5,00 \times 10^{-7}$
4	Etanol	46,00	$7,2700 \times 10^3$	$5,53 \times 10^{-2}$

Kemudian, semua data *initial solution*, nilai dari koefisien aktivitas (γ) dan Ki^* dimasukkan ke dalam sistem persamaan non-linear yang lazim digunakan pada campuran larutan non-ideal. Persamaan non-linear dijadikan sebagai syarat diterima atau tidaknya suatu nilai *initial solution* untuk pengolahan data lebih lanjut. Syarat berikut dapat diselesaikan dengan menggunakan metode New-Raphson untuk menghitung nilai Jacobian sebagai alternatif dalam memenuhi syarat *stopping criterion* atau *err*. Apabila perhitungan sistem persamaan non-linear memenuhi nilai “error < err”, maka dihasilkan nilai fraksi mol (x) sebagai *solution*. Namun, apabila nilai “error > err”, maka perhitungan sistem non-linear akan ditolak dan melakukan *running* kembali sampai diperoleh nilai fraksi mol (x) *solution*. Setelah diperoleh nilai fraksi mol (x) masing-masing, maka dapat dilanjutkan ke proses formulasi parfum dan juga dapat digunakan untuk memprediksi karakteristik aroma seperti intensitas aroma yang ditunjukkan oleh *odor value* (OV). Adapun parameter yang digunakan untuk menghitung *odor value* (OV) adalah konsentrasi *headspace* (C^g) dalam keadaan non-ideal dan nilai *odor threshold* (Thr) yang dikonversi ke dalam bahasa komputer (*coding*). Tidak cukup sampai disini, nilai fraksi mol (x) *solution* dapat dilanjutkan guna mengidentifikasi titik koordinat yang akan digunakan dalam pembuatan diagram PTD memakai *tools 'ternaryplot'* pada MATLAB.

3.4.3 Percobaan Formulasi Parfum dan Evaluasi Mutu Fisik

Formulasi parfum pada penelitian kali ini menggunakan pendekatan *Perfumery Ternary Diagram* (PTD), di mana komposisi yang dibuat didasarkan pada perolehan nilai fraksi mol (x) secara matematis dari hasil pemrograman. Sampel yang digunakan adalah komponen wewangian dan pelarut yang terdiri atas linalool,

frukton, iso e super, dan etanol. Fraksi mol (x) setiap komponen dikonversi ke dalam bentuk massa (gram) untuk memudahkan perhitungan. Dicampurkan ketiga bahan wewangian linalool, frukton, dan iso e super serta pelarut etanol 30% membentuk *juice* parfum atau biang parfum, selanjutnya *juice parfum* diencerkan dan dibuat kedalam tipe *eau de perfume* dengan konsentrasi bahan pewangi 15%. Setelah itu, parfum di evaluasi mutu fisik berdasarkan SNI 16-4949-1998 meliputi uji organoleptis, uji daya tahan wangi, uji tingkat hedonik (Gunawan & Rahayu, 2021), dan uji alergi (Rakhmawati, 2015).

3.4.3.1 Uji Organoleptis

Evaluasi mutu fisik yang termasuk ke dalam uji organoleptis parfum, diantaranya kejernihan, homogenitas, bebas partikel, dan aroma. Uji kejernihan, homogenitas, dan bebas partikel dilakukan dengan meneteskan 1 mL parfum kedalam cawan petri yang beralaskan kain hitam sebanyak lima kali pengulangan. Uji aroma dilakukan dengan menyemprotkan dua kali semprotan parfum sebanyak lima kali pengulangan, kemudian diamkan selama satu menit dan hirup untuk dideskripsikan.

3.4.3.2 Uji Daya Tahan Wangi

Uji daya tahan wangi dilakukan dengan menyemprotkan parfum pada *paper test*, kemudian diamati selama beberapa jam, minimal selama empat jam (Mustakim, dkk. 2019). Adapun aroma yang diamati ketika aroma berada pada tingkatan sangat wangi, tetap wangi, wangi berkurang, dan wangi hilang. Ketahanan parfum dianggap terpenuhi, apabila setelah enam jam aroma masih terdeteksi pada jarak 10 cm oleh indra penciuman.

3.4.3.3 Uji Tingkat Hedonik

Uji hedonik atau tingkat kesukaan parfum dilakukan dengan melibatkan 30 responden tidak terlatih untuk mengisi kuesioner pengumpulan data. Dalam prosesnya, responden diminta untuk menyemprotkan parfum pada media yang bisa dibau aroma parfum dan mengungkapkan preferensi pribadi mereka terhadap suka atau tidak suka terhadap aroma yang dihasilkan.

3.4.3.4 Uji Alergi

Uji alergi dilakukan terhadap 30 responden tidak terlatih dengan memberikan satu botol parfum, kemudian disemprotkan sebanyak dua hari sekali selama tujuh

hari dan diamati reaksinya (Trihapsoro, 2003). Adapun kriteria penilaian terhadap reaksi yang terjadi pada kulit ditandai sesuai blok warna dengan indikasi kulit biasa saja, kulit menjadi kemerahan, kulit gatal-gatal, dan kulit mengalami benjolan.