

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Jenis Penelitian/Rancangan Penelitian

Penelitian ini akan dilakukan dengan pendekatan secara kualitatif yaitu dengan menggunakan metode deskriptif eksperimental, metode ini dilakukan dengan cara menjabarkan hasil yang diperoleh lalu disajikan dalam bentuk tabel dan gambar, setelah didapatkan hasil akan dibandingkan dengan literatur.

3.2. Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan Januari Sampai Mei 2024 di Laboratorium Bahan Alam dan Laboratorium Kimia Farmasi Universitas Borneo Lestari (UNBL) Banjarbaru. Pengambilan sampel dilakukan di Pulau Laut Utara, Kotabaru, Kalimantan Selatan. Dan analisis GC-MS tanaman salam dilakukan di Badan Standarisasi Dan Pelayanan Jasa Industri (BSPJI) Banjarbaru.

3.3. Variabel Penelitian

3.3.1. Variabel bebas

Variabel bebas pada penelitian ini adalah metode destilasi air minyak atsiri daun salam (*Syzygium polyanthum*).

3.3.2. Variabel Terikat

Variabel terikat adalah hasil karakterisasi minyak atsiri daun salam meliputi rendemen, indeks bias, bobot jenis, kelarutan pada

etanol 96% komponen penyusun senyawa, serta kecerahan atau warna minyak atsiri.

3.3.3. Variabel Kontrol

Variabel kontrol pada penelitian ini adalah suhu ruang dan suhu pada saat ekstraksi.

3.4. Alat dan Bahan Penelitian

3.4.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini berupa serangkaian alat destilasi air, alat-alat gelas, labu ukur 50ml, gelas ukur 10 ml, separator dan corong pisah, timbangan analitik, tabung reaksi, pipet volume, piknometer, penangas air, wadah penampung, pisau, gunting, thermostat, alat refraktometer, oven pengering dan GCMS – QP2010 Ultra Shimadzu.

3.4.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah daun salam (*Syzygium polyanthum*) aquadest, natrium sulfat anhidrat dan etanol 96%.

3.5. Prosedur penelitian

3.5.1. Pengumpulan Sampel

Tanaman salam (*Syzygium polyanthum*) diambil dari daerah pesisir Pulau Laut Utara, Kotabaru, Kalimantan Selatan. Bagian yang digunakan adalah bagian daun dari tanaman salam (*Syzygium polyanthum*) dan dipetik pada sore hari karena adanya pengaruh waktu pengambilan. Berdasarkan penelitian penyulingan daun salam, hasil

yang diperoleh dari daun yang diambil diwaktu siang dan sore hari lebih baik dibandingkan sampel yang diambil diwaktu pagi hari. Pada pengambilan diwaktu pagi hari kadar air yang terkandung didalam daun salam lebih banyak (Istiqomah *et al.*, 2020).

3.5.2. Determinasi Tanaman Salam (*Syzygium polyanthum*)

Determinasi tanaman dilakukan untuk mengetahui kebenaran identitas dengan jelas dari tanaman salam (*Syzygium polyanthum*) dan menghindari kesalahan dalam pengumpulan bahan utama penelitian. Determinasi akan dilakukan di Laboratorium Dasar FMIPA Universitas Lambung Mangkurat Banjarbaru.

3.5.3. Pengolahan Sampel Salam (*Syzygium polyanthum*)

Daun salam (*Syzygium polyanthum*) dilakukan proses sortasi basah lalu dibersihkan dengan air mengalir untuk menghilangkan kotoran. Daun salam yang sudah bersih kemudian dilakukan perajangan bertujuan untuk membuka kalenjar minyak sebanyak mungkin, sehingga pada proses destilasi penguapan air dari daun salam dapat berlangsung dengan efisien..

3.5.4. Ekstraksi Minyak Atsiri Daun Salam (*Syzygium polyanthum*)

Memasukkan sampel daun Salam sebanyak 50g ke dalam labu destilasi. Ditambahkan aquades dengan perbandingan 1:4 dan dituang ke dalam labu destilasi yang berisi sampel. Dilakukan proses destilasi selama 6 jam (waktu destilasi dihitung dari diperolehnya tetesan pertama) dengan suhu $97,5^{\circ}\text{C} \pm 2,5^{\circ}\text{C}$ hingga waktu yang ditentukan,

menyesuaikan dengan titik didih *aquadest* yaitu 100°C. Minyak atsiri akan ikut menguap bersamaan dengan uap air, yang kemudian di kondensasikan lagi menjadi bentuk minyak atsiri atau destilat. Destilat yang didapat kemudian dipindah ke dalam corong pisah, tunggu hingga terbentuk lapisan yang jelas antara minyak dan air dalam corong pisah (air terletak di bawah sedangkan minyak diatas) kemudian pisahkan antara air dengan minyak (Effendi dan Widjanarko, 2014). Jika minyak atsiri yang dihasilkan masih belum murni (bercampur dengan air) dipisahkan menggunakan corong pisah kemudian ditambahkan Na₂SO₄. Untuk mengetahui rendemen minyak atsiri dihitung dengan rumus dibawah ini (Istiqomah *et al.*, 2020) :

$$\% \text{Rendemen Minyak Atsiri} = \frac{\text{Volume minyak atsiri (mL)}}{\text{Bobot simplisia (g)}} \times 100\%$$

3.5.5. Karakterisasi Mutu Minyak Atsiri Daun Salam (*Syzygium polyanthum*)

Karakterisasi mutu yang akan dilakukan meliputi perhitungan rendemen daun salam (*Syzygium polyanthum*), berat jenis, indeks bias, dan kelarutan dalam etanol 96% (Kemenkes RI, 2023).

a. Organoleptis

Untuk melakukan penentu warna, pipet 10 ml minyak daun Salam. Masukkan ke dalam tabung reaksi, hindari adanya gelembung udara. Sandarkan tabung reaksi berisi minyak daun Salam pada kertas atau karton berwarna putih. Amati warnanya dengan mata langsung, jarak pengamatan antara mata dan contoh 30

cm. Hasil uji yang disajikan harus sesuai dengan warna contoh minyak yang diamati (BSN, 2006). Kemudian untuk pengujian bau sampel minyak atsiri daun Salam diamati dengan menggunakan indera penciuman, aroma apa yang tercium pada minyak daun Salam (BSN, 2006).

b. Kecerahan atau Warna Minyak Atsiri

Sampel minyak atsiri dipipet sebanyak 10 mL, dan dimasukkan kedalam tabung reaksi, lalu tabung reaksi disandarkan pada kertas karton putih dan dilakukan pengamatan secara langsung dengan jarak 30 cm. hasil dinyatakan sesuai dengan warna sampel minyak atsiri yang diamati (Abraham *et al.*, 2019).

c. Berat jenis

Piknometer dicuci dan dibersihkan, kemudian basuh berturut-turut dengan etanol dan dietil eter. Kemudian keringkan bagian dalam piknometer tersebut dengan arus udara kering dan sisipkan tutupnya. Biarkan piknometer di dalam lemari timbangan selama 30 menit dan timbang (m). Isi piknometer dengan air suling yang telah dididihkan dan dibiarkan pada suhu 20°C, sambil menghindari adanya gelembung-gelembung udara. Celupkan piknometer ke dalam penangas air pada suhu 20°C ± 0,2°C selama 30 menit. Sisipkan penutupnya dan keringkan piknometernya. Biarkan piknometer di dalam lemari timbangan selama 30 menit, kemudian timbang dengan isinya (ml). Kosongkan piknometer tersebut, cuci dengan etanol dan dietil eter, kemudian keringkan dengan arus udara kering. Isi piknometer dengan minyak dan hindari adanya gelembung-gelembung udara. Celupkan kembali piknometer ke dalam penangas air pada suhu 20°C ± 0,2°C selama 30 menit. Sisipkan tutupnya dan keringkan piknometer tersebut.

Biarkan piknometer di dalam lemari timbangan selama 30 menit dan timbang (m_2) (BSN, 2006). Untuk menghitung berat jenis dapat dihitung dengan rumus dibawah ini (BSN, 2006) :

$$d_{20}^{20} = \frac{m_2 - m}{m_1 - m}$$

Dengan :

m = berat piknometer kosong (g).

m_1 = berat piknometer berisi air pada 20°C (g).

m_2 = berat piknometer berisi sampel pada 20°C (g).

d. Indeks bias

Indeks bias diukur dengan menggunakan alat refraktometer. Alirkan air melalui refraktometer agar alat ini berada pada suhu saat pembacaan akan dilakukan. Suhu harus dipertahankan dengan toleransi $\pm 0,2^\circ\text{C}$. Sebelum minyak ditaruh di dalam alat, minyak tersebut harus berada pada suhu yang sama dengan suhu dimana pengukuran akan dilakukan. Pembacaan dilakukan bila suhu sudah stabil. Untuk menghitung indeks bias dapat dihitung dengan rumus dibawah ini (BSN, 2006) :

$$n_D^t = n_D^{t_1} + 0,0004 (t_1 - t)$$

Dengan :

$n_D^{t_1}$ = pembacaan yang dilakukan pada suhu pengerjaan.

n_D^t = indeks bias pada suhu 20°C .

t_1 = suhu yang dilakukan pada suhu pengerjaan.

t = suhu referensi (20°C).

0,0004 = faktor koreksi untuk indeks bias setiap derajat

e. Kelarutan dalam etanol 96%

Tempatkan 1 ml contoh minyak dan diukur dengan teliti di dalam gelas ukur yang berukuran 10 ml atau 25 ml. Tambahkan etanol 96 % setetes demi setetes, kocok setelah setiap penambahan sampai diperoleh suatu larutan yang sebening minyak. Bila larutan tersebut tidak bening, bandingkan kekeruhan yang terjadi dengan kekeruhan larutan pembanding, melalui cairan yang sama tebalnya. Setelah minyak tersebut larut tambahkan etanol berlebih karena beberapa minyak tertentu mengendap pada penambahan etanol lebih lanjut (BSN, 2006).

3.5.6. Analisis GC-MS

Analisis kandungan kimia menggunakan alat *Gas Chromatography Massa Spectrometry* (GC-MS) dilakukan untuk identifikasi senyawa yang terdapat pada minyak atsiri daun salam dengan cara membandingkan massa hasil pemisahan GC setiap peak yang ada dikromatogram dengan massa yang ada didata Library Wiley. Analisis GC-MS tanaman salam dilakukan di Badan Standarisasi Dan Pelayanan Jasa Industri (BSPJI) Banjarbaru.

3.5.7. Analisis Data

Analisis data disajikan secara deskriptif dalam bentuk tabel atau dan gambar.