

BAB III

METODOLOGI

3.1 Tempat dan waktu percobaan

Percobaan dilaksanakan di Laboratorium Proteksi Tanaman Fakultas Pertanian Universitas Siliwangi untuk pelaksanaan pengujian dan penyimpanan dilakukan di rumah penulis bertempat di Desa Sindangsari, Kecamatan Cikoneng, Kabupaten Ciamis. Percobaan dimulai dari bulan Desember 2024 sampai bulan Maret 2025.

3.2 Alat dan bahan

Alat yang digunakan pada percobaan ini diantaranya: set alat pirolisis tongkol jagung, alat distilasi, set alat titrasi (buret, labu erlenmeyer, pipet, statif, gelas kimia) tabung reaksi, *hand refractometer*, gelas ukur, pengaduk, kertas label, neraca digital, timbangan, *wood moisture meter*, *thermohygrometer*, piknometer, pH indikator, tisu, baki, botol, jangka sorong, alat tulis dan kamera untuk dokumentasi.

Bahan yang digunakan pada percobaan ini diantaranya: limbah tongkol jagung, buah jeruk keprok Garut, aquades, air bersih, NaOH 0,1 N, FeCl₃ 1%, *phenolphthalein* (PP) 1%, alkohol 70%.

3.3 Metode penelitian

Penelitian ini menggunakan metode eksperimen dengan Rancangan Acak Lengkap (RAL) yang terdiri dari 5 taraf konsentrasi perlakuan asap cair tongkol jagung dengan 5 kali pengulangan sehingga terdapat 25 plot percobaan. Setiap plot percobaan diuji 5 buah jeruk, sehingga dibutuhkan 125 buah jeruk keprok. Perlakuan konsentrasi asap cair tongkol jagung yang diuji adalah sebagai berikut:

A = tanpa perlakuan asap cair (kontrol)

B = asap cair tongkol jagung 2%

C = asap cair tongkol jagung 4%

D = asap cair tongkol jagung 6%

E = asap cair tongkol jagung 8%

Berdasarkan rancangan yang dilakukan, digunakan model linear dari Rancangan Acak Lengkap (RAL) sebagai berikut:

$$Y_{ij} = \mu + T_i + \epsilon_{ij}$$

Keterangan :

Y_{ij} = Respon (nilai pengamatan) perlakuan ke-i dan ulangan ke-j

μ = Nilai tengah umum (rata-rata respon)

T_i = Pengaruh perlakuan ke-i

E_{ij} = Pengaruh galat percobaan dari perlakuan ke-i dan ulangan ke-j

Berdasarkan model linear di atas, hasil pengamatan disusun dan dianalisis dalam daftar sidik ragam sebagai berikut :

Tabel 1. Analisis ragam acak lengkap

Tabel Keragaman	dB	JK	KT	F hit	$\frac{F \text{ tab}}{0,05}$
Perlakuan	4	$\sum Y_{ij}^2/r - FK$	JKP/dbP	KTP/KTG	2,87
Galat	20	JKT-JKP	JKG/dbG		
Total	24	$\sum Y_{ij}^2 - FK$			

Sumber: Gomez dan Gomez, 2010

Kaidah pengambilan keputusan didasarkan pada nilai F hitung yang dibandingkan dengan nilai F tabel (uji F) sebagai berikut :

Tabel 2. Kaidah pengambilan keputusan

Hasil Analisis	Kesimpulan Analisis	Keterangan
$F \text{ hit} \leq F_{0,05}$	Berbeda tidak nyata	Tidak ada perbedaan pengaruh antar perlakuan
$F \text{ hit} > F_{0,05}$	Berbeda nyata	Terdapat perbedaan pengaruh antar perlakuan

Sumber: Gomez dan Gomez, 2010

Apabila hasil analisis ragam uji F menunjukkan adanya perbedaan yang nyata, maka dilakukan uji lanjutan dengan Uji Lanjut Gugus Scott-Knott pada taraf 5% dengan rumus berikut :

Uji Gugus Scott-Knott

$$\lambda = \frac{\pi \beta o \text{ Maks}}{2 (\pi - 2) S_o^2} > s_o^2 = \frac{\sum (\hat{y}_i)^2 - FK + v \cdot s_y^2}{v + k}$$

Untuk mencari S_y^2 dapat dihitung dengan menggunakan rumus sebagai berikut :

$$S_y^2 = \frac{\text{Kuadrat tengah (KT) galat}}{\text{Banyaknya ulangan (r)}}$$

Keterangan :

- λ = Nilai perbandingan
- $\hat{y}_i$ = Rata-rata perlakuan ($i=1,2,3,\dots,n$)
- FK = Faktor koreksi
- v = Derajat bebas
- k = Banyaknya nilai rata-rata perlakuan yang diuji
- β_{0Mak} = Jumlah kuadrat antar pasangan gugus maksimum
- so^2 = Ragam perlakuan
- sy^2 = Ragam galat dari nilai rata-rata perlakuan
- r = Jumlah ulangan pada tiap nilai tengah perlakuan yang dibandingkan

3.4 Pelaksanaan Percobaan

3.4.1 Proses pembuatan asap cair dari tongkol jagung

a. Pengambilan dan persiapan bahan baku

Tahap awal merupakan pengumpulan bahan baku asap cair berupa tongkol jagung yang diambil dari salah satu petani Desa Ciharalang, Kabupaten Ciamis diambil sebanyak kurang lebih 40 kg. Pemilihan pada bahan tongkol jagung dilakukan dengan memperhatikan bagian dari tongkol (tidak busuk). Kemudian tongkol jagung dijemur di bawah sinar matahari secara langsung sampai kering, hingga kadar air mencapai $<10\%$. Untuk menguji kadar air tongkol jagung menggunakan alat *wood moisture meter* secara berkala selama penjemuran.

b. Proses pirolisis dan distilasi asap cair tongkol jagung

Tongkol jagung sebanyak 40 kg yang telah kering dimasukkan ke dalam tungku pirolisis yang telah terpasang alat set pirolisis untuk memulai pembakaran dengan suhu berkisar 250°C sampai 400°C yang ditunjukkan *thermometer* yang ada pada alat pirolisis. Asap cair yang diperoleh melalui proses pirolisis ini dihasilkan asap cair kasar, arang dan tar. Asap cair kasar dan tar ditampung dalam wadah untuk diukur volumenya, serta jumlah arang ditimbang menggunakan timbangan.

Selanjutnya, dilakukan proses distilasi pada suhu 100°C sampai 150°C hingga volume yang tersisa berkisar $\pm 10\%$, hasil destilasi pertama menghasilkan asap cair *grade 2*. Hasil distilasi tadi kemudian dilakukan proses distilasi kembali dengan suhu dan langkah yang sama. Hasil distilasi kedua menghasilkan asap cair dengan

3165:2024 buah jeruk keprok berdiameter kode ukuran 3 (60 s.d 70 mm) dengan tingkat kematangan matang hijau - kekuningan, yang diukur menggunakan jangka sorong dan untuk mendapatkan tingkat kematangan buah yang seragam dilakukan dengan cara memilih buah secara langsung.

b. Jumlah kebutuhan buah jeruk

Kebutuhan buah jeruk keprok yang digunakan pada setiap perlakuan adalah 5 buah dan jumlah perlakuan adalah 5 yang diulang sebanyak 5 kali sehingga terdapat 25 plot percobaan. Jumlah keseluruhan buah jeruk siam yang digunakan adalah 125 buah.

3.4.4 Perlakuan asap cair pada buah jeruk

Pelaksanaan perlakuan diawali dengan membuat larutan asap cair dengan konsentrasi yang sudah ditentukan. Larutan asap cair dengan konsentrasi 2% dibuat dengan komposisi 40 ml asap cair + 1.960 ml aquades, konsentrasi 4% dengan komposisi 80 ml asap cair + 1.920 ml aquades, konsentrasi 6% dengan komposisi 120 ml asap cair + 1.880 ml aquades dan konsentrasi 8% dengan komposisi 160 ml asap cair + 1.840 ml aquades. Larutan perlakuan A (kontrol) menggunakan larutan aquades 2.000 ml sebagai perlakuan pembanding.

Buah jeruk yang sudah dipilih sesuai kriteria pengujian sebelum diberi perlakuan dibersihkan dengan air mengalir dan dikering anginkan. Perendaman dilakukan dalam larutan berbagai konsentrasi asap cair tongkol jagung yang sudah ditentukan yaitu 0% (kontrol), 2%, 4%, 6% dan 8% selama 3 menit. Kemudian buah jeruk yang sudah direndam dengan perlakuan dikering anginkan dan disimpan di atas baki pengamatan pada kondisi suhu ruang. Setelah itu, dilakukan pengamatan selama 17 hari.

3.5 Pengamatan

3.5.1 Pengamatan penunjang

a. Karakteristik asap cair

Pengujian pada karakteristik asap cair dilakukan untuk mengetahui kualitas serta mutu dari asap cair berbahan tongkol jagung. Parameter yang diambil mengacu kepada standar kualitas asap cair Jepang.

Tabel 3. Asap cair standar kualitas Jepang

Parameter	Standar mutu asap cair
pH	1,50 – 3,70
Berat jenis	>1,005
Warna	Kuning pucat - coklat kemerahan (<i>Pale yellow - brown reddish</i>)
Transparansi	Transparan/Tidak keruh
Bahan terapung	Tidak ada bahan terapung
Keasaman (%)	1 – 18
Fenol (%)	-
Karbonil (%)	-

Sumber: Yatagai, 2002

Selanjutnya tahapan pengujian karakteristik pada asap cair, diantaranya:

1) Rendemen

Nilai rendemen asap cair diperoleh dari perbandingan berat jumlah asap cair yang dihasilkan dengan berat bahan baku tongkol jagung yang digunakan, dihitung menggunakan rumus berikut:

$$\text{Rendemen (\%)} = \frac{\text{Jumlah asap cair yang dihasilkan}}{\text{Jumlah berat bahan tongkol jagung yang digunakan}} \times 100\%$$

2) Kandungan senyawa fenol

Nilai kandungan senyawa fenol dilakukan dengan metode kualitatif. Larutan asap cair setelah destilasi diambil sebanyak 5 ml dan dimasukkan ke dalam tabung reaksi lalu ditambahkan dengan FeCl_3 1% sebanyak 3 tetes. Larutan dikocok hingga menunjukkan reaksi positif dengan adanya perubahan warna larutan dari ungu menjadi coklat.

3) Nilai pH

Pengujian nilai pH dilakukan dengan menggunakan alat indikator pH universal. Bagian ujung pada indikator yang terdiri dari beberapa jenis warna dicelupkan ke dalam larutan asap cair beberapa saat sampai baris warna berubah lalu pH ditentukan dengan membandingkan baris warna angka pH dalam kemasan alat.

4) Uji kadar asam

Pengujian kadar asam pada asap cair dilakukan menggunakan metode titrasi. Buret titrasi dibilas dengan bersih lalu diisi dengan larutan NaOH 0,1 N sampai

menyentuh angka 1 pada buret. Larutan sampel sebanyak 1ml dilarutkan menggunakan aquadest sampai volume larutan mencapai 10ml lalu indikator *Phenolphthalein* (pp) 1% ditambahkan sebanyak 3 tetes. Kemudian dilakukan proses titrasi sampai warna pada larutan berubah menjadi merah muda stabil. Kadar asam dapat dihitung menggunakan rumus sebagai berikut :

$$\text{Kadar asam (\%)} = \frac{\text{Volume NaOH titrasi} \times \text{Konsentrasi NaOH} \times \text{BM (Asam asetat)}}{\text{Bobot sampel} \times 1000} \times 100\%$$

BM (Asam asetat)/CH₃COOH = 60,05

5) Berat jenis

Berat jenis diuji menggunakan alat piknometer yang dapat mengukur volume larutan dengan objektif. Hasil dari pengukuran dari piknometer selanjutnya dihitung menggunakan rumus sebagai berikut :

$$\text{Berat jenis} = \frac{\text{Bobot bahan (g)}}{\text{Volume piknometer (ml)}}$$

b. Suhu dan kelembapan

Pengamatan suhu dan kelembapan dilakukan di ruangan dimana tempat penyimpanan percobaan. Pengamatan ini dilakukan setiap hari selama masa pengamatan menggunakan *thermometer* untuk suhu dan *hygrometer* untuk kelembapan.

c. Hama dan penyakit

Pengamatan hama dan penyakit dilakukan selama masa penyimpanan secara visual, yaitu dengan cara mengamati secara langsung gejala serangan atau tanda keberadaan organisme penyebab kerusakan selama 17 hari masa penyimpanan.

3.5.2 Parameter utama

a. Susut bobot buah

Pengamatan parameter susut bobot buah dilakukan dengan menimbang buah saat awal penyimpanan dan akhir pengamatan menggunakan alat neraca digital dengan ketelitian 0,01gram. Rumus untuk menghitung persentase penyusutan bobot buah sebagai berikut :

$$\text{Susut bobot buah (\%)} = \frac{\text{Nilai bobot awal} - \text{Nilai bobot akhir}}{\text{Nilai bobot awal}} \times 100\%$$

b. Penurunan kadar air

Pengamatan pada kadar air buah dilakukan 1 kali di akhir pengamatan dengan membandingkan bobot daging buah basah sebanyak 50 gr dengan bobot daging buah setelah dioven. Penyimpanan dalam oven dilakukan selama 48 jam dengan suhu 50°C. Rumus untuk menghitung kadar air adalah sebagai berikut:

$$\text{Kadar air (\%)} = \frac{\text{Bobot daging buah basah} - \text{Bobot daging buah kering}}{\text{Bobot daging buah basah}} \times 100\%$$

c. Total padatan terlarut (TPT)

Pengujian total padatan terlarut (TPT) pada buah dilakukan menggunakan alat *Hand Refractometer* dengan satuan °Brix. Sampel buah jeruk diambil untuk dihancurkan dagingnya hingga didapat sarinya yang kemudian akan ditetaskan dalam kaca prisma alat *Refractometer* hingga terlihat angka pada bagian layar alat.

d. Asam tertitrasi total (ATT)

Kandungan asam tertitrasi total (ATT) diukur berdasarkan hasil netralisasi ekstrak buah oleh basa kuat NaOH (Widodo, Suketi dan Rahardjo. 2019). Pengujian asam tertitrasi total dilakukan dengan menimbang buah jeruk sebanyak 10gram lalu daging buah diperas untuk memperoleh sari buahnya. Sari yang dihasilkan dipindahkan ke dalam labu takar dan ditambahkan dengan aquadest sampai 100ml, campurkan hingga merata lalu disaring menggunakan kertas saring. Filtrat yang dihasilkan diambil sebanyak 25ml dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan ditambahkan 3 tetes indikator *phenolptalein* (PP) 1%. Proses titrasi dilakukan dengan menggunakan NaOH 0,1 N dan dihentikan setelah filtrat menunjukkan perubahan warna menjadi merah jambu stabil (Marsigit dkk. 2022). Kandungan total asam dihitung menggunakan rumus berikut :

$$\text{Total asam (\%)} = \frac{\text{ml NaOH} \times 0,1 \text{ N} \times \text{fp} \times \text{BM (Asam sitrat)}}{\text{Berat sampel (g)} \times 1000} \times 100\%$$

Fp = faktor pengenceran (100 ml/25 ml= 4)

BM = bobot ekuivalen (asam sitrat = 192)

Pembuatan larutan NaOH 0,1 N dengan melarutkan 4gram kristal NaOH kemudian dilarutkan dengan aquades 100ml dalam erlenmeyer 1.000ml, setelah itu larutan ditambahkan dengan aquades hingga volume mencapai 1.000ml. Larutan dimasukan ke dalam botol dan ditutup lalu diberi label (nama larutan, volume dan

tanggal pembuatan). Berikutnya pembuatan larutan indikator *phenolphthalein* 1%, dengan melarutkan serbuk *phenolphthalein* sebanyak 1gram ke dalam erlenmeyer 100ml lalu dilarutkan dengan alkohol 70% sebanyak 50% dan dimasukan aquades 50ml kemudian setelah larut dimasukkan ke dalam botol dan ditutup lalu diberi label (nama larutan, konsentrasi, volume dan tanggal pembuatan).

e. Rasio TPT : ATT

Rasio total padatan terlarut (TPT) dan asam tertitrasi total (ATT) dihitung dengan membandingkan hasil pengukuran total padatan terlarut dengan hasil pengukuran asam tertitrasi total. Sebagai contoh, jika perbandingan pengukuran TPT = 10% dan hasil pengukuran ATT = 1%, maka rasio perbandingan TPT : ATT = 12% : 1% (Ladaniya 2008 dalam Manurung, Simanungkalit dan Nadapdap 2024).

f. Uji organoleptik

Pengujian sifat organoleptik bertujuan untuk mengetahui respon panelis terhadap mutu umum pada parameter organoleptik yang diujikan berupa warna kulit, tingkat kesegaran buah, tingkat kekerasan dan rasa. Penilaian warna kulit, tingkat kesegaran dan tingkat kekerasan menggunakan uji mutu hedonik dengan kriteria yang mendeskripsikan mutu. Untuk uji organoleptik dinyatakan dalam skala 1 sampai 4 dengan deskripsi pada Tabel 4. Pengujian dilakukan pada hari terakhir pengamatan dengan 15 panelis.

Tabel 4. Kriteria penilaian uji organoleptik

Variabel	Kriteria Penilaian	Skor
Warna Kulit	Oranye tua	4
	Oranye	3
	Kuning - oranye	2
	Hijau - kuning	1
Tingkat Kesegaran Buah	Tidak segar (Kulit sangat kisut/layu)	4
	Cukup segar (Kulit kisut/layu)	3
	Segar (Kulit sedikit kisut/layu)	2
	Sangat segar (Kulit tidak kisut/layu)	1
Tekstur	Lunak	4
	Cukup lunak	3
	Cukup keras	2
	Keras	1

Sumber: Rahmatullah dkk. (2018)

Pengujian dilakukan pada semua perlakuan buah jeruk keprok di akhir pengamatan untuk melihat perubahan terhadap buah dalam skala nilai. Pengujian menggunakan indera penglihatan dan peraba untuk menilai skala pada warna kulit, tingkat kesegaran dengan ditandai tingkat kisut/layu pada permukaan kulit buah dan tingkat kekerasan pada buah.

Sebelum pengujian terhadap penilaian uji organoleptik dilakukan, panelis terlebih dahulu diberikan penjelasan alur pengujian dan skor nilai dengan deskripsi pada setiap skala nilai.

Nilai rata-rata dari panelis digunakan untuk menentukan kategori setiap variable berdasarkan skala nilai 1 sampai 4. Nilai rata-rata yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan interval nilai, yaitu skala (1) 1,00 - 1,74 skala (2) 1,75 – 2,49 skala (3) 2,50 – 3,29 dan skala (4) 3,25 – 4,00. Berikutnya hasil uji organoleptik dianalisis menggunakan uji Kruskal-Wallis dan apabila terdapat perbedaan nyata maka akan dilanjutkan menggunakan uji Mann-Whitney.