

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Rancangan Penelitian

Jenis penelitian ini bersifat eksperimental dengan rancangan studi kasus bentuk tunggal (one shot case study). Penelitian ini dilakukan dengan melakukan intervensi/tindakan pada satu kelompok kemudian dilakukan observasi. Penelitian ini dilakukan dengan merancang, membuat formulasi, dan mengevaluasi sediaan membuat formulasi sediaan sabun padat transparan dengan ekstrak biji buah pinang (*Areca catechu L.*) dengan pengulangan 3 kali setiap perlakuan dengan menganalisa sifat organoleptis, kadar air, uji alkali bebas dan pH.

B. Subjek Penelitian

Subjek penelitian ini adalah formulasi sediaan sabun padat transparan dengan ekstrak kulit biji buah pinang (*Areca catechu L.*) yang dibuat dalam 4 variasi konsentrasi yaitu 0%, 4,5%, 6% dan 7,5%.

C. Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Farmasetika Jurusan Farmasi Politeknik Kesehatan Tanjungkarang dan Laboratorium Botani Fakultas MIPA Universitas Lampung pada Bulan April – Mei 2023

D. Alat dan Bahan

1. Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat penggiling, neraca analitik bermerek *Ohaus* dan *Quattro*, beaker gelas, gelas ukur, corong, kaca arloji, erlenmeyer 100 ml, erlenmeyer 500 ml bermerek *waki*, cetakan sabun, hand bland, cawan porselen 75 ml, kertas perkamen, batang pengaduk, oven, hot plate, pH 2 pro *ATC* range -2.00-16.00 pH, thermometer, saringan dan spatula.

2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah menggunakan serbuk biji buah pinang (*Areca catechu L.*) minyak kelapa, asam stearat, aquadest, NaOH, gliserin, alkohol 96 %, propilen glikol, sorbitol, logam Mg, HCl pekat, amil alcohol, FeCl₃, HCl 2N, buffer pH 7, kertas saring, aluminium foil, pereaksi mayer, pereaksi bouchardat dan pereaksi dragendrof

E. Prosedur Kerja Penelitian

1. Identifikasi Tanaman

Identifikasi tanaman dilakukan di Laboratorium Botani Jurusan Biologi FMIPA Universitas Lampung untuk mengidentifikasi kebenaran sampel biji pinang (*Areca catechu L.*) yang diambil dari Desa Tapak Siring, Kec. Sukau, Kab. Lampung Barat.

2. Pembuatan Simplisia biji pinang

- a. Dikumpulkan bahan baku yaitu biji pinang tua berwarna kuning
 - b. Dilakukan sortasi basah dengan memilih bahan baku dari bahan baku yang sudah tak layak lagi maupun dari kotoran- kotoran.
 - c. Dicuci bersih bahan baku menggunakan air mengalir.
 - d. Dilakukan perubahan bentuk atau perajangan dengan cara mengiris tipis tipis bahan baku, kemudian masukkan ke dalam nampan bambu.
 - e. Dikeringkan dengan cara pengeringan secara tidak langsung (bahan baku ditutupi koran atau kain hitam) di bawah sinar matahari hingga mengering.
 - f. Dilakukan sortasi kering dengan cara pemilihan bahan baku dari bahan bahan yang rusak atau terkena kotoran.
 - g. Diperhalus bahan baku dengan cara menggiling dengan mesin giling menjadi partikel-partikel yang lebih kecil lagi, masukkan dalam wadah (Depkes RI, 1985:4-15).
- ### 4. Pembuatan ekstrak menurut (Marjoni, 2016:42)
- a. Ditimbang serbuk sampel sebanyak 1000 gram dengan menggunakan neraca analitik, lalu dimasukkan kedalam wadah.
 - b. Ditambahkan pelarut etanol 96% sebanyak 3500 ml.
 - c. Ditutup dan dibiarkan selama 3 x 24 jam.

- d. Kemudian diperas dan dipisahkan hasil saringan dengan ampasnya.
 - e. Ampas kembali direndam dengan 3500 ml etanol 96% selama 3 hari sambil sering diaduk.
 - f. Setelah 3 hari, disaring dan diuapkan dengan rotary evaporator.
 - g. Dilanjutkan penguapan dengan menggunakan waterbath sehingga diperoleh ekstrak kental.
5. Penapisan fitokimia senyawa flavonoid biji pinang (*Areca catechu L.*).
(Marjoni, 2016).
- a. Uji flavonoid
 - 1) Ditimbang 10 g sampel pada neraca analitik.
 - 2) Ditambahkan dengan 100 ml air panas.
 - 3) Dididihkan selama lebih kurang 5 menit.
 - 4) Disaring ketika panas. Sebanyak 5 ml filtrat yang diperoleh.
 - 5) Ditambahkan 0.1 g serbuk Mg, 1 ml HCl pekat dan 2 ml amil alkohol, dikocok dan dibiarkan memisahflavonoid positif jika terjadi warna kuning, merah, jingga pada lapisan amil alcohol.
 - b. Uji tanin
 - 1) Ditimbang 0,5 gram sampel, diekstrak dengan 10 ml aquadest.
 - 2) Disaring, hasil filtrat diencerkan dengan aquadest sampai tidak berwarna.
 - 3) Diambil 2ml Hasil pengenceran, ditambah 1-2 tetes FeCl₃.
Tanin Positif jika terbentuk warna biru atau hijau kehitaman.
 - c. Uji saponin
 - 1) Ditimbang 0.5 gram sampel, dimasukkan ke tabung reaksi.
 - 2) Ditambah 10 ml aquadest panas, dinginkan.
 - 3) Dikocok kuat selama 10 detik, terbentuk buih atau busa.
 - 4) Diamkan 10 menit tambahkan 1 tetes HCl 2 N.
Saponin positif jika busa tidak hilang.
 - d. Uji alkaloida
 - 1) Serbuk simplisia ditimbang sebanyak 0,5 g kemudian ditambahkan 1 ml asam klorida 2 N dan 9 ml air suling
 - 2) Dipanaskan di atas tangas air selama 2 menit, didinginkan lalu disaring.
 - 3) Filtrat dipakai untuk percobaan berikut :

- Diambil 3 tetes filtrate lalu ditambahkan 2 tetes pereaksi Mayer menghasilkan endapan putih atau kuning
- Diambil 3 tetes filtrate lalu ditambahkan 2 tetes pereaksi Bouchardat menghasilkan endapan coklat-hitam
- Diambil 3 tetes filtrat, lalu ditambahkan 2 tetes pereaksi Dragendrof menghasilkan endapan merah bata

Alkaloida dianggap positif jika terjadi endapan atau paling sedikit dua atau tiga dari percobaan di atas.

e. Uji steroida/triterpenoida

- 1) Sebanyak 1 g sampel di maserasi dengan 20 ml n-heksan selama 2 jam, lalu disaring.
- 2) Filtrat diuapkan dalam cawan penguap.
- 3) Pada sisa ditambahkan 2 tetes asam asetat anhidrat dan 1 tetes asam sulfat pekat.
- 4) Amati warna yang timbul dan perubahannya
Adanya steroda terpenoida ditunjukkan dengan timbulnya warna ungu atau merah kemudian berubah menjadi hijau biru

Tabel 3.1 Formula Basis Sabun Padat Transparan.
Menurut The ultimate guide to hot process soap (2019)

Komponen	Kegunaan	Formulasi (100gr oil)
Asam stearat	Mengeraskan sabun	70 g
Virgin Coconut Oil	Pembentuk sabun(saponifikasi)	30 g
Aquadest	Pelarut	17,1 g
NaOH	Pembentuk sabun(saponifikasi)	17,1 g
Gliserin	Humektan	17,1 g
Alkohol 96%	Pelarut dan pembentuk transparansi	70 g
Sorbitol	pembentuk transparansi	90 g
Propilen glikol	pembentuk transparansi	100 g

Tabel 3.2 Formula Zat Aktif Sabun Padat Transparan dengan Ekstrak Biji Pinang (*Areca catechu L.*)

Kamponen	Kegunaan	Formula (%)			
		F1	F2	F3	F4
Ekstrak biji pinang	Zat aktif	0	4,5	6	7,5
Basis sabun	Basis	100	100	100	100

Tabel 3.3 Formula Sabun Padat Transparan dengan Ekstrak Biji Pinang
(*Areca catechu L.*) sediaan 50 gram Oil

Komponen	Formula(gram)			
	F0	F1	F2	F3
Ekstrak biji pinang	0	2,25	3	3,75
Asam stearat	35	35	35	35
Virgin Coconut Oil	15	15	15	15
Aquadest	8,55	8,55	8,55	8,55
NaOH	8,55	8,55	8,55	8,55
Gliserin	8,55	8,55	8,55	8,55
Alkohol 96%	35	35	35	35
Sorbitol	45	45	45	45
Propilen glikol	50	50	50	50

Keterangan:

Formula F0: Formula dengan konsentrasi ekstrak biji pinang

(*Areca catechu L.*). 0%

Formula F1: Formula dengan konsentrasi ekstrak biji pinang

(*Areca catechu L.*). 4,5%

Formula F2: Formula dengan konsentrasi ekstrak biji pinang

(*Areca catechu L.*). 6%

Formula F3: Formula dengan konsentrasi ekstrak biji pinang

(*Areca catechu L.*). 7,5%

a. Penimbangan Bahan Formula Sabun Padat Transparan

- 1) Ditimbang ekstrak biji pinang sebanyak F1= 2,25g, F2= 3 g, F3= 3,75 di dalam kaca arloji menggunakan neraca analitik.
- 2) Ditimbang VCO sebanyak 15 g di dalam cawan porselen menggunakan neraca analitik.
- 3) Ditimbang asam stearat sebanyak 35 g di dalam cawan porselen menggunakan neraca analitik.
- 4) Ditimbang NaOH sebanyak 8,55 g di dalam cawan porselen menggunakan neraca analitik.
- 5) Ditimbang gliserin sebanyak 8,55 g di dalam cawan porselen menggunakan neraca analitik.
- 6) Ditimbang aquadest sebanyak 8,55 g di dalam cawan porselen menggunakan neraca analitik.
- 7) Ditimbang alkohol 96% sebanyak 35 di dalam cawan porselen menggunakan neraca analitik.

- 8) Ditimbang sorbitol sebanyak 45 g di dalam cawan porselen menggunakan neraca analitik.
- 9) Ditimbang propilen glikol sebanyak 50 g di dalam cawan porselen menggunakan neraca analitik.
- b. Cara kerja pembuatan sabun padat transparan (The Ultimate Guide to Hot process soap : 2019).
 1. Dileburkan asam stearate dengan suhu 105°C.
 2. Ditambahkan VCO kedalam larutan
 3. Ditambahkan larutan NaOH, aquadest dan gliserin diaduk hingga mengental seperti gel
 4. Campurkan sebagian etanol 96% secara perlahan-lahan dan aduk dengan cepat
 5. Ditambahkan larutan propilen glikol aduk hingga merata
 6. Turunkan suhu hingga 40-65°C ditambahkan larutan sorbitol aduk hingga merata dan menjadi larutan jernih
 7. Dilarutkan ekstrak biji pinang dalam sisa etanol 96% dan ditambahkan pada campuran basis kemudian diaduk hingga homogen tutup supaya alkohol tidak menguap
 8. Diamkan selama 2 menit sampai seluruh sabun larut dan terbentuk larutan coklat bening.
 9. Dituangkan larutan kedalam cetakan (*soap mold*) dan diamkan beberapa jam hingga sabun mengeras.

F. Evaluasi Mutu Sediaan Sabun Padat Transparan

1. Uji sifat organoleptis

Uji organoleptis pada penelitian ini yang meliputi transparansi, warna, bau, dan konsistensi sabun padat transparan.

- a. Transparansi

Penilaian untuk transparansi diamati secara visual, dengan menggunakan selembar kertas dengan garis berwarna merah. Kemudian sabun diletakkan diatas garis merah tersebut dan diamati kejelasan warna garis merah yang menembus sabun (Mumpuni dan Sasongko, 2017:74). Transparansi yang

dihasilkan dari sediaan sabun padat transparan yang telah dibuat meliputi dua kategori:

- 1) Transparan, apabila garis merah di bawah sabun dapat dilihat secara visual.
- 2) Tidak transparan, apabila garis merah di bawah sabun tidak dapat dilihat secara visual.

b. Warna

Penilaian warna dilakukan dengan melihat warna dari sabun padat transparan yang dihasilkan. Warna yang dihasilkan dari sediaan sabun padat transparan meliputi tiga kategori:

- 1) putih bening, apabila warna yang dihasilkan berwarna putih bening.
- 2) Coklat, apabila warna yang dihasilkan berwarna coklat.
- 3) Coklat tua, apabila warna yang dihasilkan berwarna coklat tua.

c. Bau

Penilaian bau dilakukan dengan mendekati sabun pada indra penciuman dengan jarak 1-2 cm. Bau yang dihasilkan dari sediaan sabun padat transparan meliputi dua kategori:

- 1) Bau khas, apabila terdapat bau khas pada sediaan sabun padat transparan.
- 2) Tidak berbau, apabila tidak terdapat bau khas sabun atau bau khas biji pinang pada sediaan sabun padat transparan.

d. Tekstur

Penilaian dilakukan dengan merasakan tekstur sabun padat transparan yang dihasilkan menggunakan ujung jari tangan. Tekstur sabun padat transparan yang dihasilkan meliputi tiga kategori:

- 1) Padat, apabila sabun padat transparan memiliki konsistensi yang keras saat disentuh menggunakan ujung jari tangan.
- 2) Lunak, apabila sabun padat transparan memiliki konsistensi yang lunak saat disentuh menggunakan ujung jari tangan.

2. Kadar Air (SNI 06-3532,2016).

Prosedur:

- a. Timbang cawan petri yang telah dikeringkan dalam oven pada suhu 105 ± 2 °C selama 30 menit (b_0).
- b. Timbang $5 \pm 0,01$ g contoh uji ke dalam cawan petri diatas (b_1).

- c. Panaskan dalam oven pada suhu 105 ± 2 °C selama 1 jam.
- d. Dinginkan dalam desikator sampai suhu ruang lalu ditimbang (b_2).
- e. Ulangi cara kerja huruf c dan d sampai bobot tetap.

Hitung dengan rumus :

$$\frac{b_1 - b_2}{b_1 - b_0} \times 100\%$$

Keterangan :

Kadar air dalam satuan % fraksi massa

b_0 = bobot cawan kosong (g)

b_1 = bobot contoh uji dan cawan petri sebelum pemanasan (g)

b_2 = bobot contoh uji dan cawan petri setelah pemanasan (g)

3. Uji pH (Ananda, 2018)

Prosedur :

- a. Dikalibrasi pH meter menggunakan larutan buffer pH 6.8 - 4.0
- b. Ditimbang 1 gram sabun dari masing-masing formula.
- c. Dilarutkan dengan 10 ml air suling
- d. Elektroda dicelupkan dalam wadah, dibiarkan jarum bergerak sampai posisi konstan.
- e. Dicatat nilai pH yang tertera pada pH meter 2 pro

4. Uji alkali bebas (SNI 3532, 2016:4-6).

Bahan dan pereaksi

- 1) Larutan standar KOH 0,1 N
- 2) Larutan standar HCl 0,1 N
- 3) Etanol netral

Etanol 96% atau lebih, dipanaskan, dan netral terhadap fenolftalein dengan penambahan KOH 0,1 N.

- 4) Indikator fenolftalein 1%

Peralatan :

- 1) Erlenmeyer 250 ml
- 2) Hot plate
- 3) Pendingin tegak

Prosedur :

- 1.) Dilarutkan $5 \pm 0,01$ g contoh uji dengan 200 ml etanol netral ke dalam erlenmeyer tutup asah dan pasang pendingin tegak, panaskan di atas hot plate sampai sabun terlarut seluruhnya.
- 2) Saat hampir mendidih masukkan 0,5 ml indikator fenolftalein 1%.
- 3) Setelah penambahan fenolftalein 1% larutan tersebut bersifat alkali (penunjuk fenolftalein berwarna merah), titrasi dengan larutan standar HCl sampai warna merah tepat hilang.
- 4) Hitung menjadi NaOH jika alkali atau menjadi asam oleat jika asam Hitung

Dengan Rumus:

$$\text{Alkali bebas} = \frac{40 \times V \times N}{B} \times 100\%$$

Keterangan:

Alkali bebas dalam satuan % fraksi massa

V : volume HCl yang digunakan (ml)

N : normalitas HCl yang digunakan

b : bobot contoh uji (mg)

40 : berat ekuivalen NaOH

G. Pengumpulan Data

Pada penelitian ini dilakukan uji organoleptik, kadar air, alkali bebas atau asam lemak bebas, dan pH. Pengujian organoleptik dilakukan oleh panelis yang meliputi transparansi, warna, bau, dan tekstur dari sediaan sabun padat transparan. Data dikumpulkan dengan tabel *observasi*

Pengujian kadar air dilakukan dengan menghitung menggunakan rumus yang sudah ditentukan dan berdasarkan data bobot penimbangan sabun padat transparan sebelum dan sesudah dikeringkan dalam oven dengan hasil maksimal 15,0%

Pengujian alkali bebas atau asam lemak bebas dilakukan dengan menghitung menggunakan rumus yang sudah ditentukan dan berdasarkan data volume HCl, normalitas HCl yang digunakan, bobot uji dengan hasil maksimal alkali bebas 0,1%.

Pengujian pH sabun dilakukan dengan pengamatan nilai pH sabun yang tertera pada pH meter yang kemudian dibandingkan dengan persyaratan literature yaitu 8-11

H. Pengolahan dan Analisa Data

1. Pengolahan Data

Pengolahan data dalam penelitian dilakukan secara manual dan juga menggunakan komputer. Data yang didapatkan dibandingkan dengan persyaratan yang ada pada literat dan berdasarkan penilaian panelis, dengan melalui proses:

a. *Editing*

Pengecekan kembali data yang diperoleh dari hasil pengamatan. Pengecekan dilakukan terhadap semua lembar pengujian yang meliputi organoleptis, pH, kadar air, dan kesukaan. Dengan memeriksa kelengkapan data untuk diproses lebih lanjut.

b. *Coding*

Setelah data diedit, dilakukan pengkodean yakni merubah bentuk kalimat atau huruf menjadi data angka/bilangan yang dimaksudkan untuk memudahkan dalam melakukan analisis. Seperti data organoleptis warna dilakukan pengkodean yaitu 1 = putih bening , 2= coklat muda, 3= coklat tua

c. *Entrying*

Data-data yang telah selesai di *editing* dan *coding* selanjutnya dimasukkan kedalam aplikasi pengolahan angka dan kata untuk dianalisis. Data dimasukkan kedalam program komputer pengolah tabel dan data disesuaikan dengan kode yang sudah diberikan untuk masing-masing evaluasi seperti organoleptis, pH, kadar air, dan kesukaan. Kemudian dianalisis untuk mendapatkan persentase.

d. Tabulasi

Setelah data dianalisis, hasil yang diperoleh dibuat dalam bentuk tabel. Data pada program komputer pengolah tabel dan data dibuat dalam bentuk tabel agar mempermudah dalam menganalisis dan disajikan dalam bentuk grafik agar lebih mudah dalam pemahaman (Notoadmojo, 2010:174-176).

2. Analisis Data

Analisis data dalam penelitian ini menggunakan analisis univariat yaitu analisis yang dilakukan terhadap tiap variabel dari hasil penelitian. Analisis ini menampilkan hasil penilaian berupa nilai rata-rata dari masing-masing variabel untuk menghasilkan distribusi frekuensi dan persentase dari tiap variabel. Analisis univariat digunakan untuk menggambarkan semua variabel yaitu kadar air, asam lemak bebas atau basa bebas dan pH yang akan dibandingkan dengan literatur. Variabel organoleptik yang meliputi transparansi, warna, bau, tekstur dilihat dari penilaian panelis dengan menggunakan penampilan berupa tabel dan grafik (Notoadmojo, 2010:182).