

## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### A. Rancangan Penelitian

Rancangan penelitian bersifat eksperimental. Penelitian eksperimen adalah penelitian kausal (sebab akibat) dengan pembuktiannya didapatkan melalui perbandingan antara kelompok eksperimen (yang diberi perlakuan) dengan kelompok kontrol (yang tidak diberi perlakuan), atau kondisi subjek sebelum diberikan perlakuan dengan sesudah diberi perlakuan (Hardani; dkk, 2020:343).

Penelitian ini dilakukan dengan membuat formulasi dengan adanya perbandingan waktu *mixing* dan *framing* serta evaluasi mutu diantaranya uji organoleptik, uji pH, uji kadar air, uji alkali bebas dan asam lemak bebas pada sabun padat yang mengandung kombinasi kopi robusta (*Coffea canephora*), oatmeal (*Avena sativa*), dan madu (*Apis mellifera*). Pengolahan data dilakukan secara manual menggunakan metode analisis multivariat.

#### B. Subjek Penelitian

Subjek penelitian ini merupakan formulasi sediaan sabun padat kombinasi kopi robusta (*Coffea canephora*), oatmeal (*Avena sativa*), dan madu (*Apis mellifera*) yang dibuat dengan variasi waktu *mixing* yaitu 15 menit, 20 menit dan 25 menit serta *framing* dengan eksperimen 3 hari, 5 hari dan 7 hari.

#### C. Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian dilaksanakan pada Laboratorium Farmasetika, Laboratorium Farmakognosi, Laboratorium Kimia Jurusan Farmasi Politeknik Kesehatan Tanjungkarang serta Laboratorium Botani Universitas Lampung pada bulan Maret-Juli 2024.

## D. Pengumpulan Data

### 1. Alat dan Bahan

#### Alat

Beaker glass 50 ml, 100 ml, 500 ml

Gelas ukur 50 ml, 10 ml

Cawan petridish

Cawan porselen

Kaca arloji

Corong

Erlenmeyer 250 ml

Pipet tetes

Pipet volume 10 ml

Spatula silikon

Batang pengaduk

Buret

Statif dan klem

*Hand blender*

pH meter

*Hot plate*

Wadah takar

Neraca Analitik

Cetakan sabun berbahan Impraboard

Pemotong sabun

Oven

Labu ukur 500 ml

Ayakan mesh No. 40 (serbuk kopi)

Ayakan mesh No. 60 (serbuk *oatmeal*)

#### Bahan

Biji kopi robusta (*Coffea canephora*)

*Oatmeal (Avena sativa)*

Madu (*Apis mellifera*)

Minyak kelapa

Minyak zaitun

NaOH

Aquadest

KOH

HCL 37%

Etanol 96%

Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (Natrium Karbonat)

H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (Asam Oksalat)

Indikator *methyl orange*

Indikator *fenolftalein* 1%

### 2. Prosedur Penelitian

#### a. Identifikasi Tanaman

Identifikasi tanaman dilakukan secara makroskopis di Jurusan Farmasi Politeknik Kesehatan Tanjungkarang dan Laboratorium Botani Universitas

Lampung. Hal tersebut dilakukan untuk mengidentifikasi kebenaran sampel biji kopi robusta (*Coffea canephora*) dan oatmeal (*Avena sativa*).

b. Formulasi Pembuatan Sabun Padat

Pada penelitian ini, formula 1 yang digunakan pada sediaan formulasi sabun mandi padat. Literatur formula 1 terdapat pada tinjauan pustaka pada tabel 2.2 tentang formulasi bahan.

Tabel 3.1 Formula Sabun Padat dengan Kombinasi (sampel dalam %)

| <b>Formula Bahan</b>                     | <b>Jumlah Bahan (sampel %)</b> |
|--|--------------------------------|
| Kopi Robusta ( <i>Coffea canephora</i> ) | 1%                             |
| Oatmeal ( <i>Avena sativa</i> )          | 0,5%                           |
| Madu ( <i>Apis mellifera</i> )           | 1%                             |
| Minyak Kelapa                            | 390 g                          |
| Minyak Zaitun                            | 360 g                          |
| NaOH                                     | 114 g                          |
| Aquadest                                 | 285 g                          |

Dalam formulasi ini, dibawah ini merupakan bahan-bahan yang dibutuhkan dalam satuan gram dari persentase yang dibutuhkan.

Tabel 3.2 Formula Sabun Padat dengan Kombinasi (sampel dalam gram)

| <b>Formula Bahan</b>                     | <b>Jumlah Bahan (sampel gram)</b> |
|--|-----------------------------------|
| Kopi Robusta ( <i>Coffea canephora</i> ) | 7,5 g                             |
| Oatmeal ( <i>Avena sativa</i> )          | 3,75 g                            |
| Madu ( <i>Apis mellifera</i> )           | 7,5 g                             |
| Minyak Kelapa                            | 390 g                             |
| Minyak Zaitun                            | 360 g                             |
| NaOH                                     | 114 g                             |
| Aquadest                                 | 285 g                             |

Tabel 3.3 Variasi Waktu *Mixing* dan *Framming* Formulasi

| <i>Mixing</i>      | <b>M1<br/>(15 menit)</b> | <b>M2<br/>(20 menit)</b>   | <b>M3<br/>(25 menit)</b> |
|--------------------|--------------------------|--|--------------------------|
| <i>Framming</i>    |                          |  |                          |
| <b>F1 (3 hari)</b> |                          | <b>Evaluasi</b>  |                          |
| <b>F2 (5 hari)</b> |                          | <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Uji organoleptik</li> <li>2. Uji pH</li> <li>3. Uji kadar air</li> <li>4. Uji alkali bebas</li> <li>5. Uji asam lemak bebas</li> </ol> |                          |
| <b>F3 (7 hari)</b> |                          |  |                          |

## c. Penimbangan Bahan

- 1) Ditimbang serbuk kasar biji kopi robusta yang telah dihaluskan 7,5 g pada cawan porselen dengan neraca analitik.
- 2) Ditimbang *oatmeal* 3,75 g pada cawan porselen dengan neraca analitik.
- 3) Ditimbang madu 7,5 g pada kaca arloji dengan neraca analitik.
- 4) Ditimbang minyak kelapa 390 g pada beakerglass ataupun wadah takar menggunakan neraca analitik.
- 5) Ditimbang minyak zaitun 360 g pada beakerglass ataupun wadah takar menggunakan neraca analitik.
- 6) Ditimbang NaOH sebanyak 114 g pada beakerglass menggunakan neraca analitik.
- 7) Ditimbang aquadest 285 g pada beakerglass ataupun wadah takar menggunakan neraca analitik
- 8) Timbang untuk M2 dan M3 masing-masing untuk tiga kali pengulangan.

## d. Pembuatan Sabun Padat

- 1) Disiapkan alat dan bahan.
- 2) Ditimbang semua bahan yang akan digunakan.
- 3) Dilarutkan NaOH dengan aquades di beaker glass, kemudian diaduk dengan batang pengaduk. Larutan NaOH akan menimbulkan rasa panas dan berwarna keputihan, selanjutnya dinginkan sampai mencapai suhu ruang (gunakan thermometer).

- 4) Dicampurkan minyak kelapa dan zaitun ke dalam wadah ukuran besar.
- 5) Dicampurkan minyak ke dalam wadah takar sampai homogen.
- 6) Dimasukan larutan NaOH yang telah dingin pada campuran minyak sedikit demi sedikit.
- 7) Diaduk sampai homogen menggunakan *handmixer* hingga terjadi *trace* (masa sabun yang mengental terbentuk) dengan variasi waktu *mixing* M1 (15 menit), M2 (20 menit) dan M3 (25 menit).
- 8) Tambahkan serbuk biji kopi robusta, *oatmeal* dan madu yang sudah ditimbang kedalam sabun yang sedikit mengental.
- 9) Massa sabun yang mulai mengental kemudian dituang ke cetakan serta didiamkan selama 24 jam sampai mengeras. Kemudian sediaan dilakukan *framing* dengan variasi F1 (3 hari), F2 (5 hari) dan F3 (7 hari).
- 10) Kemudian sabun dapat dipotong-potong sesuai keinginan dengan masing-masing waktu *framing*.
- 11) Pengulangan

Pengulangan dilakukan dengan dilakukan perhitungan dibawah ini (Hanafiah, 2011:9).

$$\begin{aligned} (t-1)(r-1) &\geq 15 \\ (9-1)(r-1) &\geq 15 \\ 8r-8 &\geq 15 \\ 8r &\geq 23 \\ r &\geq 2,9 \sim 3 \end{aligned}$$

Keterangan: t = jumlah perlakuan

r = jumlah pengulangan

Pada penelitian ini dilakukan 9 perlakuan, yaitu dalam satu variasi waktu *mixing* terdapat 3 variasi *framing* (3 hari, 5 hari dan 7 hari). Waktu *mixing* yang dilakukan adalah 15 menit, 20 menit dan 25 menit. Dalam penelitian ini dilakukan tiga pengulangan dalam setiap perlakuannya.

#### e. Evaluasi Mutu Sabun Padat

##### 1) Uji Organoleptik

Uji organoleptik dilakukan dengan melihat masing-masing dari formulasi sabun madi padat secara langsung. Penilaian ini meliputi warna, bau dan bentuk.

a) Warna

Penilaian warna dilakukan dengan melihat warna dari sabun padat yang dihasilkan dengan indera penglihatan dan diarahkan pada sumber cahaya. Warna yang diperoleh dari sabun padat meliputi tiga kategori, yaitu:

1. Krem, jika menghasilkan warna krem.
2. Coklat muda, jika menghasilkan warna coklat muda.
3. Coklat tua, jika menghasilkan warna coklat tua.

b) Bau

Penilaian bau dilakukan dengan indera penciuman dengan jarak sekitar 1-2 cm. Bau yang dihasilkan meliputi tiga kategori, yaitu:

1. Tidak berbau, jika memiliki bau pada sediaan sabun padat.
2. Bau lemah, jika terdapat bau lemah pada sediaan sabun padat.
3. Bau kuat, jika terdapat bau kuat pada sediaan sabun padat.

c) Bentuk

Penilaian bentuk dilakukan dengan merasakan bentuk/tekstur sabun padat yang dihasilkan dengan indera peraba. Bentuk sabun padat yang terdiri dari tiga kategori:

1. Lunak, jika menghasilkan sabun dengan bentuk lunak.
2. Sedikit lunak, jika menghasilkan sabun dengan bentuk sedikit lunak.
3. Padat, jika menghasilkan sabun dengan bentuk padat.

2) Uji pH

Nilai pH menggunakan pH meter, syarat berkisar 8-11. pH fisiologi kulit berkisar antara 4,5-6,5 meter yang digunakan memiliki spesifikasi sebagai berikut:

- Range pengukuran : 0,0-14,0 pH
- Resolusi : 0,1 pH
- Akurasi :  $\pm 0,1$  pH
- Beroperasi pada suhu : 0-55°C
- Ukuran : 150 mm x 29 mm x 20 mm
- Kalibrasi dengan menggunakan larutan buffer pH 4,01 dan 6,86.

Bahan :

- a) Sabun padat
- b) Larutan buffer pH 4,01 dan 6,86

Alat :

- a) pH meter
- b) Batang pengaduk
- c) Beakerglass

Prosedur :

- a) Dibuat sampel 10% (1 gram sampel dilarutkan dengan aquadest panas hingga 10 ml).
- b) Dikalibrasi pH meter dengan larutan buffer pH, lakukan setiap saat akan melakukan pengukuran.
- c) Kemudian dicelupkan elektroda yang telah dibersihkan dengan air suling ke larutan sampel.
- d) Dicatat dan baca nilai pH skala pH meter yang ditunjukkan jarum skala.  
(SNI 06-4085, 1996:2; Febriyenti, Sari, Nofita, 2014:63).

### 3) Uji Kadar Air

Bahan :

- a) Sabun padat sampel

Alat :

- a) Cawan petri
- b) Desikator
- c) Oven
- d) Neraca analitik

Prosedur :

- a) Ditimbang cawan petri yang telah dikeringkan dalam oven dengan suhu  $\pm 105^{\circ}\text{C}$  selama 30 menit ( $b_0$ ).
- b) Ditimbang  $\pm 0,01\text{g}$  sampel uji ke dalam cawan petri di atas ( $b_1$ ).
- c) Panaskan dalam oven dengan suhu  $\pm 105^{\circ}\text{C}$  selama 1 jam.
- d) Dinginkan dalam desikator hingga mencapai suhu ruang kemudian ditimbang ( $b_2$ ).
- e) Ulangi cara kerja “c dan d” sampai bobot tetap.

f) Hitung dengan rumus dibawah ini:

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

Keterangan :

Kadar air dalam satuan % fraksi massa

$b_0$  : bobot cawan kosong (g)

$b_1$  : bobot sampel dan cawan petri sebelum pemanasan (g)

$b_2$  : bobot sampel dan cawan petri setelah pemanasan (g)

(SNI-06-3532, 2016:2-3).

Pengeringan berlangsung sampai dihasilkan berat konstan. Berat yang konstan adalah jika hasil dua penimbangan berturut-turut tidak berbeda lebih dari 0,0005 gram (Roth dan Blaschke, 1985:119).

4) Uji alkali bebas atau asam lemak

Bahan :

- a) Larutan standar KOH 0,1 N
- b) Larutan standar HCl 0,1 N
- c) Etanol 96%
- d) Indikator fenolftalein 1% (PP)

Alat :

- a) Erlenmeyer ukuran 250 ml
- b) Buret
- c) Statif dan klem
- d) Hotplate

Prosedur :

- a) Dilarutkan 0,01g sampel dengan 200 ml etanol netral ke dalam erlenmeyer, kemudian panaskan di atas hotplate hingga sampel larut. Saat hampir mendidih, masukkan 0,5 ml indikator PP 1%.
- b) Jika larutan bersifat asam (penunjuk fenolftalein tidak berwarna), titrasi dengan larutan standar KOH hingga terbentuk warna merah muda yang stabil.
- c) Jika larutan tersebut bersifat alkali (penunjuk fenolftalein berwarna merah),

titrasi dengan larutan HCl hingga warna merah muda tepat hilang.

d) Hitung NaOH apabila alkali atau menjadi asam oleat apabila asam.

Sabun mandi padat dilakukan uji alkali bebas dengan cara (Rahmayulis, Putri, Ranova, 2023:227) :

- a) Timbang 2 gram sampel sabun mandi padat.
- b) Tambahkan alkohol netral 40 ml.
- c) Kemudian dididihkan diatas hotplate selama 30 menit.
- d) Berikan PP 1% 0,5 ml.
- e) Kemudian dititrasi dengan HCl 0,1 N sampai terbentuk warna merah muda hilang.

Sabun mandi padat dilakukan uji asam lemak bebas dengan cara (Rahmayulis, Putri, Ranova, 2023:227) :

- a) Timbang 2 gram sampel sabun mandi padat.
- b) Tambahkan alkohol netral 40 ml.
- c) Kemudian dididihkan diatas hotplate selama 30 menit.
- d) Berikan PP 1% 0,5 ml.
- e) Kemudian dititrasi dengan KOH 0,1 N sampai terbentuk warna merah muda tepat hilang.

Hitung dengan rumus :

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

Keterangan :

Alkali bebas dalam satuan % fraksi massa

V : volume HCl yang digunakan (ml)

N : normalitas HCl yang digunakan

b : bobot sampel (mg)

40 : BE (berat ekuivalen) dari NaOH

$$\text{Asam lemak bebas} = \frac{V \times N \times 282}{b} \times 100\%$$

Keterangan :

Asam lemak bebas dalam satuan % fraksi massa

V : volume KOH yang digunakan (ml)

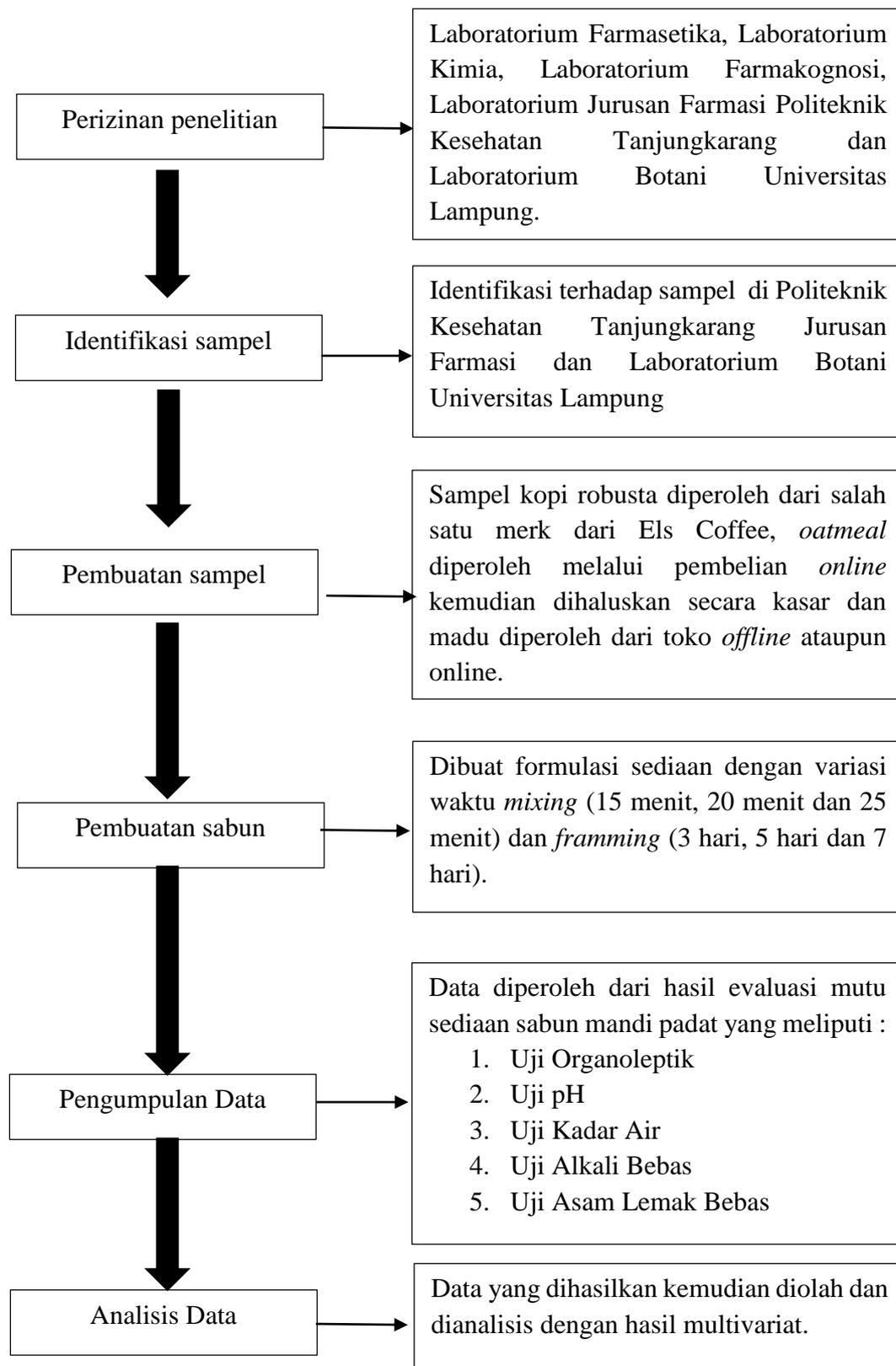
N : normalitas KOH yang digunakan

b : bobot sampel (mg)

282 : BE (berat ekuivalen) dari asam oleat (C<sub>18</sub>H<sub>34</sub>O<sub>2</sub>)

(SNI-06-3532, 2016:5-6)

### E. Alur Penelitian



## **F. Metode Pengumpulan Data**

Pada penelitian ini dilakukan uji organoleptik, pH, kadar air, alkali bebas dan asam lemak bebas. Peneliti melakukan semua uji tersebut. Pengujian organoleptik meliputi warna, bau dan bentuk. Data dikumpulkan dengan tabel *checklist*. Pengujian pH dilakukan dengan mengamati nilai pH pada sabun menggunakan pH meter, kemudian dilakukan perbandingan literatur terhadap kesesuaian. Pengujian kadar air dilakukan penimbangan sebelum dan sesudah pengeringan serta menghitung dengan rumus sesuai literatur. Pengujian alkali bebas dilakukan dengan menghitung menggunakan rumus yang sudah ada. Pengujian asam lemak bebas dilakukan dengan menghitung menggunakan rumus sesuai literatur.

## **G. Pengolahan dan Analisis Data**

### **1. Pengolahan Data**

Pengolahan data dalam penelitian ini dilakukan secara manual dan komputerisasi. Data yang diperoleh kemudian dibandingkan pada persyaratan literatur, dengan melalui proses sebagai berikut:

#### **a) Editing**

Data yang didapatkan dengan pengamatan dan pengecekan kembali (Ariyanto, 2010:9). Pengecekan dilakukan pada setiap lembar pengujian yang terdiri dari organoleptik, pH, kadar air, alkali bebas dan asam lemak bebas dengan memeriksa data secara lengkap untuk selanjutnya dilakukan proses pengolahan data.

#### **b) Coding**

Setelah tahap pengeditan data selesai, kemudian melakukan pengkodean data. Kegiatan ini dilakukan untuk mengubah data bentuk huruf menjadi angka. Seperti contoh pada uji organoleptik warna dalam pemberian kode, 1 = Krem, 2 = Coklat muda dan 3 = Coklat tua.

#### **c) Entering**

Setelah data selesai melalui tahap editing dan coding, kemudian data dimasukkan ke dalam aplikasi pengolahan angka dan kata untuk dianalisis. Data dimasukkan ke dalam komputer pengolahan tabel dan data disesuaikan dengan kode yang sudah dimasukkan untuk masing masing evaluasi seperti

organoleptik, pH, kadar air, uji alkali bebas dan asam lemak bebas lalu dilakukan analisis untuk memperoleh hasil dalam bentuk persentase.

d) Tabulasi

Setelah data dianalisis, hasil data kemudian disajikan dalam bentuk tabel dan grafik. Hal ini dilakukan untuk mempermudah dalam memahami dan membaca data (Notoadmodjo, 2010:174).

## 2. Analisis Data

Analisis penelitian ini menganalisa pengaruh dari lamanya waktu *mixing* (15 menit, 20 menit dan 25 menit) dan *framing* (3 hari, 5 hari dan 7 hari) pada pembuatan sabun padat dengan beberapa kombinasi bahan yang dilakukan 9 perlakuan, variabel yang diamati yaitu pH, kadar air, alkali bebas dan asam lemak bebas dengan dilakukan perbandingan berdasarkan literatur. Analisa multivariat dilakukan terhadap variabel dengan menggunakan uji Anova, peneliti dapat menentukan apakah ada hubungan sebab-akibat antara kedua variabel dan mengukur kekuatan dan arah keduanya (Riyanto, 2010:126). Syarat uji anova ada 2 yaitu data harus normal dan homogen (Sani, 2018:121). Pada penelitian ini dilakukan dengan uji Anova pada variasi waktu *mixing* dan *framing* sebagai variabel independen (dipengaruhi) dan evaluasi sediaan (organoleptik, uji pH, kadar air, alkali bebas dan asam lemak bebas) sebagai variabel dependen (yang mempengaruhi atau diukur). Uji ini dengan melakukan tes homogenitas Levene untuk mengidentifikasi varians antar kelompok yang homogen atau sama, sehingga pada dilakukan uji Anova memiliki nilai yang valid. Variabel organoleptik dilihat dari penilaian lembar *checklist* dengan menggunakan kode.