

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Rancangan Penelitian

Jenis penelitian ini bersifat eksperimental. Penelitian ini dilakukan dengan melakukan intervensi/tindakan pada satu kelompok kemudian melakukan observasi. Penelitian ini dilakukan dengan merancang, membuat formulasi, dan mengevaluasi sediaan sabun wajah cair dengan ekstrak kayu secang (*Caesalpinia sappan* L.) dengan pengulangan 3 kali setiap perlakuan dengan menganalisa sifat organoleptik, alkali bebas, uji pH, bobot jenis, daya busa, dan stabilitas.

B. Subjek Penelitian

Subjek penelitian ini adalah formulasi sediaan sabun wajah cair dengan ekstrak kayu secang (*Caesalpinia sappan* L.) yang dibuat dalam 4 variasi konsentrasi yaitu 0%, 6 %, 9%, dan 12% .

C. Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia, Laboratorium Farmakognosi Jurusan Farmasi Politeknik Kesehatan Tanjungkarang dan Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi Universitas Lampung pada Maret 2021.

D. Alat dan Bahan

1. Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah blender (Miyako BL-101GS), neraca analitik (Quattro FH 1000 gr x 0,01 gr), gelas beker 50,0 ml (Iwaki), gelas beker 250,0 ml (Iwaki), erlenmeyer 250,0 ml (Pyrex), piknometer 25,0 ml (Pyrex), gelas ukur 10,0 ml (Iwaki), gelas ukur 100,0 ml (Pyrex), corong, kertas saring, kaca arloji, cawan porselen, batang pengaduk, buret 50,00 ml (Pyrex), *hot plate* (IKA C-MAG H57), kondensor, *waterbath*,

rotary evaporator (Butchi R-220)), mikroskop listrik, termometer alkohol, pH meter digital (*Automatic calibration* ATC 0,01), tabung reaksi (Pyrex), penggaris, dan spatula.

2. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kayu secang (*Caesalpinia sappan* L.) dari Pasar tradisional, etanol 96%, kloralhidrat, serbuk Mg, HCl pekat, amil alkohol, pH *buffer powder* 6.86, pH *buffer powder* 4.01, HCl 0.1N, phenolphthalein 1%, *methyl orange* 1%, Na₂B₄O₇ 0,1N, aquadest, gliserin, HPMC, VCO (*virgin coconut oil*), minyak zaitun (*olive oil*), minyak jarak (*castor oil*), BHT dan KOH.

E. Prosedur Kerja Penelitian

1. Identifikasi tanaman

Identifikasi tanaman simplisia kayu secang (*Caesalpinia sappan* L.) dilakukan di Jurusan Farmasi Poltekkes Tanjungkarang, keabsahan sampel dilakukan secara makroskopis dan mikroskopis.

2. Pembuatan ekstrak kayu secang (Marjoni, 2016:41 dan Sa'diah dkk, 2013)

- a) Diserbukkan serutan kayu secang dengan menggunakan blender, lalu diayak dengan ayakan 44 mesh.
- b) Ditimbang serbuk kayu secang sebanyak 1000 gram dengan menggunakan neraca analitik, lalu dimasukkan kedalam wadah.
- c) Ditambahkan pelarut etanol 96% sebanyak 7000 ml.
- d) Direndam selama 3 x 24 jam sambil diaduk beberapa kali hindari cahaya matahari langsung.
- e) Disaring dan dipisahkan hasil saringan (maserat).
- f) Ampas kembali direndam dengan 3500 ml etanol 96% selama 2 hari sambil diaduk beberapa kali.
- g) Setelah 2 hari, disaring dan digabungkan hasil saringan ekstrak sebelumnya, lalu diuapkan dengan *rotary evaporator*.

h) Dilanjutkan pemekatan dengan *waterbath* sehingga diperoleh ekstrak kental .

3. Penapisan fitokimia (uji flavonoid) ekstrak kayu secang

(*Caesalpinia sappan* L.) (Marjoni, 2016:9)

- a) Ditimbang 10 g sampel pada neraca analitik.
- b) Ditambahkan dengan 100 ml air panas.
- c) Dididihkan selama kurang lebih 5 menit.
- d) Disaring ketika panas. Diambil sebanyak 5 ml filtrat yang diperoleh.
- e) Ditambahkan 0.1g serbuk Mg, 1 ml HCl pekat, dan 2 ml amil alkohol, dikocok, dan dibiarkan memisah.

Flavonoid positif jika terbentuk warna kuning, jingga, merah pada lapisan amil alkohol.

4. Pembuatan sabun wajah cair

Formula yang direncanakan :

Minyak zaitun (<i>olive oil</i>)	35 gram
VCO (<i>virgin coconut oil</i>)	10 gram
Minyak jarak (<i>castor oil</i>)	5 gram
KOH (Kalium hidroksida)	9,75 gram
Aquadest	14,625 gram
Gliserin	14,625 gram
BHT	0,02 gram
HPMC	0,445 gram

(Sari dan Ferdinan, 2017 yang dimodifikasi)

Tabel 3.1 Formula sabun wajah cair ekstrak kayu secang (*Caesalpinia sappan* L.)

Komponen	Kegunaan	Formula							
		0		1		2		3	
		%	gram	%	gram	%	gram	%	gram
Ekstrak Kayu Secang	Zat aktif	0	0	6	9	9	13,5	12	18
Minyak jarak (<i>castor oil</i>)	Basis minyak	5	5	5	5	5	5	5	5
VCO (<i>virgin coconut oil</i>)	Basis minyak	10	10	10	10	10	10	10	10
Minyak zaitun (<i>olive oil</i>)	Basis minyak	35	35	35	35	35	35	35	35
Kalium Hidroksida (KOH)	Pembentuk sabun	25	9,75	25	9,75	25	9,75	25	9,75
Aquadest	Pelarut	37,5	14,625	37,5	14,625	37,5	14,625	37,5	14,625
Gliserin	Humektan	37,5	14,625	37,5	14,625	37,5	14,625	37,5	14,625
BHT	Pengawet	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
HPMC	Pengental	0,5	0,445	0,5	0,445	0,5	0,445	0,5	0,445

Keterangan :

F₀ : Formula sabun wajah cair tanpa ekstrak kayu secang (*Caesalpinia sappan* L.)

F₁ : Formula sabun wajah cair dengan konsentrasi ekstrak kayu secang (*Caesalpinia sappan* L.) 6%

F₂ : Formula sabun wajah cair dengan konsentrasi ekstrak kayu secang (*Caesalpinia sappan* L.) 9%

F₃ : Formula sabun wajah cair dengan konsentrasi ekstrak kayu secang (*Caesalpinia sappan* L.) 12%

a. Penimbangan Bahan

1) Ditimbang ekstrak kayu secang untuk masing-masing formula menggunakan kaca arloji dengan neraca analitik.

- 2) Ditimbang gliserin untuk masing masing formula dengan cawan porselen pada neraca analitik.
 - 3) Ditimbang minyak zaitun untuk masing masing formula dengan cawan porselen pada neraca analitik.
 - 4) Ditimbang VCO untuk masing masing formula dengan cawan porselen pada neraca analitik.
 - 5) Ditimbang minyak jarak untuk masing masing formula dengan cawan porselen pada neraca analitik.
 - 6) Ditimbang HPMC untuk masing masing formula dengan kaca arloji pada neraca analitik.
 - 7) Ditimbang KOH untuk masing masing formula pada neraca analitik.
 - 8) Ditimbang BHT untuk masing masing formula dengan kaca arloji pada neraca analitik.
- b. Cara kerja pembuatan sabun cair untuk formula F0 (Sari dan Ferdinan, 2017)
- 1) Disiapkan alat dan bahan.
 - 2) Ditimbang bahan yang akan digunakan.
 - 3) Dicampurkan minyak zaitun 35gr, minyak jarak 5gr, VCO 10 gr dalam gelas beker dipanaskan pada *hot plate* hingga suhu 70°C diaduk hingga homogen.
 - 4) Dibuat larutan KOH dengan cara dilarutkan KOH 9,25gr ke dalam aquadest 14,625gr.
 - 5) Dimasukkan gliserin 14,625gr ke dalam larutan KOH.
 - 6) Kemudian ditambahkan ke dalam basis minyak pada suhu 70°C sambil diaduk dengan *hand blender* ± 25 menit hingga membentuk pasta.
 - 7) Dipanaskan pasta sabun selama ± 10 jam di *hot plate* dan diaduk beberapa kali.
 - 8) Dilakukan *clarity test* untuk mengetahui apakah proses saponifikasi sudah selesai ditandai dengan hasil jernih, caranya dengan melarutkan sebagian pasta sabun ke dalam aquadest.

- 9) Ditimbang pasta sabun 50gr pada neraca analitik.
- 10) Dilakukan *diluting* dengan cara menambahkan larutan *diluting* ke dalam pasta sabun dengan perbandingan larutan *diluting* : pasta sabun (2:1) sambil dipanaskan pada suhu 70 °C selama 3 jam hingga pasta sabun larut seluruhnya.
- 11) Dikembangkan HPMC 0,445gr dan BHT 0,02gr dalam aquadest panas 10mL.
- 12) Ditambahkan HPMC dan BHT ke larutan pasta sabun aduk hingga homogen.
Untuk pembuatan sabun formula F1, F2, F3:
- 13) Dilarutkan ekstrak kayu secang dengan aquadest panas.
- 14) Dimasukkan ekstrak kayu secang ke dalam larutan basis sabun, aduk hingga homogen.
- 15) Sediaan dimasukkan ke dalam wadah sabun.

c. Pengulangan

Perlakuan yang diperlukan dalam suatu percobaan dipengaruhi oleh 3 hal yaitu : derajat ketelitian, keseragaman bahan, alat, media dan lingkungan percobaan serta biaya penelitian yang tersedia (Hanafiah, 1997:6). Oleh karena itu, pada penelitian ini peneliti ingin melakukan pengulangan sebanyak 3 kali pengulangan.

F. Evaluasi Sediaan Sabun Wajah Cair

1. Uji sifat organoleptik

Uji organoleptik meliputi warna, bau, dan tekstur dari sabun cair wajah cair yang sudah dibuat. Pengamatan dilakukan oleh peneliti.

a. Warna

Penilaian warna dilakukan dengan melihat warna dari sediaan sabun wajah cair yang dihasilkan. Warna yang dihasilkan meliputi merah keunguan, merah, merah muda, kuning kemerahan dan kuning.

b. Aroma

Penilaian aroma dilakukan dengan mendekati sabun wajah cair yang dihasilkan pada indra penciuman. bau yang dihasilkan meliputi berbau khas, apabila terdapat bau kayu secang dan tidak berbau, apabila tidak terdapat bau kayu secang.

c. Tekstur

Penilaian tekstur dilakukan dengan melihat bentuk sediaan terhadap cairan sabun cair secara visual. Tekstur yang dihasilkan meliputi cairan encer, cairan agak kental, dan cairan kental.

2. Uji pH

Pengukuran pH sediaan dilakukan dengan menggunakan pH meter. Pemeriksaan pH diawali dengan kalibrasi alat pH meter dengan larutan buffer pH. Celupkan elektroda yang telah dibersihkan dengan air suling ke dalam sampel catat nilai pH yang tertera pada layar. Pengukuran dilakukan pada suhu ruang (25° C). Syarat pH sabun yaitu 8-11.

3. Uji Alkali Bebas

Prinsipnya dengan menitar alkali bebas dengan larutan baku asam. Ditimbang sampel sabun sekitar 5 gram kemudian masukkan kedalam erlenmeyer dan dilarutkan dengan 100 ml alkohol 96% netral, kemudian ditambahkan indikator phenolphthalein lalu dipanaskan dengan pendingin tegak (kondensor) selama 30 menit. Bila larutan berwarna merah, selanjutnya dititrasi dengan HCl 0,1 N sampai larutan berwarna merah tepat hilang. Kadar alkali bebas pada syarat mutu sabun cair adalah maksimal 0,14.

$$\text{Kadar alkali bebas (dihitung sebagai KOH)} = \frac{V \times N \times 0,0561}{W} \times 100\%$$

Keterangan :

V = Volume HCl yang digunakan untuk titrasi (ml)

N = Normalitas HCl

W = Bobot sampel (g)

0,0561= Bobot setara KOH

4. Bobot jenis

Uji bobot jenis dilakukan dengan cara piknometer yang telah dibilas dengan aseton kemudian dibilas dengan dietil eter. Keringkan piknometer lalu

timbang menggunakan neraca analitik. Dinginkan larutan sampel sabun cair berlebih ke dalam piknometer yang terendam air es, biarkan sampai suhu 25°C dan tetapkan sampai garis tera. Angkat piknometer dari dalam rendaman air es, diamkan pada suhu kamar dan timbang dengan neraca analitik. Ulangi pengerjaan tersebut dengan memakai aquadest sebagai pengganti sampel. Syarat bobot jenis pada sabun adalah 1,01-1,10.

$$\text{Bobot jenis, } 25^{\circ}\text{C} = \frac{W}{W_1}$$

Keterangan :

W = bobot piknometer + sabun

W1 = bobot piknometer + air

5. Daya busa

Kemampuan membentuk busa diukur dengan melarutkan dengan cara Sampel ditimbang sebanyak 1g, dimasukkan ke dalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan aquadest sampai 10 ml, dikocok dengan membolak-balikkan tabung reaksi, lalu segera diukur tinggi busa yang dihasilkan. Lalu, tabung didiamkan selama 5 menit, kemudian diukur lagi tinggi busa yang dihasilkan setelah 5 menit.

$$\text{Uji daya busa} = \frac{\text{tinggi busa akhir}}{\text{tinggi busa awal}} \times 100\%$$

6. Uji Stabilitas

Sediaan sabun cair disimpan selama 2 minggu pada suhu kamar. Selama masa penyimpanan, dilakukan uji organoleptik (warna, aroma, dan tekstur) dan pH tiap 1 minggu (7 hari). Apabila terjadi perubahan dan perubahannya tidak memenuhi syarat sediaan selama masa penyimpanan maka sediaan dinyatakan tidak stabil.

G. Pengumpulan Data

Pada penelitian ini dilakukan uji organoleptis, homogenitas, pH, bobot jenis, daya busa dan stabilitas terhadap sediaan sabun wajah cair yang dihasilkan. Pengamatan organoleptik dilakukan peneliti terhadap sediaan

sabun wajah cair yang dihasilkan untuk melihat bagaimana tekstur, warna, dan bau sediaan.

Pada uji pH pengumpulan data dilakukan dengan melakukan pengukuran menggunakan pH meter terhadap 4 formulasi sabun wajah cair yang dihasilkan dicatat nilai pH yang tertera pada pH meter dan bandingkan hasil yang didapat dengan persyaratan literatur.

Pada uji alkali bebas pengumpulan data dilakukan dengan melakukan pengukuran menggunakan buret terhadap 4 formulasi sabun wajah cair yang dihasilkan dicatat volume peniter yang tertera pada buret dan bandingkan hasil yang didapat dengan persyaratan literatur.

Pada uji bobot jenis pengumpulan data dilakukan dengan melakukan pengukuran menggunakan piknometer terhadap 4 formulasi sabun wajah cair yang dihasilkan dicatat bobot piknometer yang tertera pada neraca analitik dan bandingkan hasil yang didapat dengan persyaratan literatur.

Pada uji daya busa pengumpulan data dilakukan dengan melakukan pengukuran menggunakan penggaris terhadap 4 formulasi sabun wajah cair yang dihasilkan dicatat tinggi busa dan bandingkan hasil yang didapat dengan persyaratan literatur.

Pada uji stabilitas pengumpulan data dilakukan dengan melakukan pengamatan organoleptik (warna, aroma, dan tekstur) dan pengukuran pH selama 2 minggu (14 hari) masa penyimpanan pada suhu ruangan terhadap 4 formulasi sabun wajah cair yang dihasilkan dicatat nilai pH yang tertera pada pH meter serta pengamatan organoleptik dan bandingkan hasilnya tiap minggunya.

H. Pengolahan dan Analisa Data

1. Pengolahan data

a. *Editing*

Pengecekan kembali data yang diperoleh dari hasil pengamatan. Pengecekan dilakukan terhadap semua lembar pengujian yang meliputi organoleptis, pH, alkali bebas, bobot jenis, daya busa, dan stabilitas dengan memeriksa kelengkapan data untuk diproses lebih lanjut.

b. *Coding*

Setelah data di edit, 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 = merah keunguan, 2 = merah, 3 = merah muda, 4 = kuning kemerahan, dan 5 = kuning.

c. *Entrying*

Data-data yang telah selesai di *editing* dan *coding* selanjutnya dimasukkan ke dalam aplikasi pengolahan angka dan kata untuk dianalisis. Data dimasukkan ke dalam program komputer pengolah tabel dan data disesuaikan dengan kode yang sudah diberikan untuk masing-masing evaluasi seperti organoleptik, pH, alkali bebas, bobot jenis, daya busa, dan stabilitas lalu 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.

2. Analisis Data

Teknik analisis data dalam penelitian ini menggunakan analisa univariat yaitu analisis yang dilakukan terhadap setiap variabel dari hasil penelitian. Pada umumnya analisis ini hanya akan menghasilkan dan menjelaskan berupa persentase dari setiap variabel pengamatan warna, bau, tekstur, pH, alkali bebas, bobot jenis, daya busa, dan stabilitas.