

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Rancangan Penelitian

Rancangan penelitian yang dilakukan yaitu secara eksperimen. Penelitian eksperimen adalah jenis penelitian yang melibatkan kegiatan percobaan untuk memahami fenomena tertentu dan menganalisis efek yang muncul akibat perlakuan khusus yang diberikan selama percobaan (Notoatmodjo, 2010:50). Penelitian ini dilakukan dengan melakukan 4 perlakuan (F0, F1, F2, dan F3) dan 6 kali pengulangan yang telah dihitung menggunakan rumus federer. Lalu melakukan evaluasi mutu sediaan sabun padat yang meliputi uji organoleptik, uji pH, uji kadar air, uji alkali bebas dan uji asam lemak bebas pada sabun padat yang mengandung ekstrak daun kopi robusta dan serbuk kopi robusta (*Coffea canephora*). Data yang diperoleh diolah secara manual menggunakan metode analisis univariat.

B. Subjek Penelitian

Subjek penelitian ini adalah formulasi sediaan sabun padat kombinasi ekstrak daun kopi robusta dan serbuk kopi robusta (*Coffea canephora*) yang dibuat dalam variasi konsentrasi.

C. Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Teknologi sediaan solida Jurusan Farmasi Politeknik Kesehatan Tanjung Karang pada bulan Januari – Mei 2025.

D. Pengumpulan Data

1. Alat dan Bahan

Alat:

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas ukur *iwaki* (50 mL, dan 10 mL), beaker *glass iwaki* (100ml, dan 250ml), cawan porselen 75ml,

Corong *glass* 75mm, cawan petridish, kaca arloji, erlenmeyer 250ml, batang pengaduk, spatula logam, pipet tetes, pipet volume 10ml *iwaki*, bulb, buret *iwaki*, statif dan klem, oven *gemmysss*, kompor listrik maspion, ayakan *mesh* no.40, labu ukur 250ml *iwaki*, alumunium foil, kertas saring, hand blender *jj-1988*, neraca analitik *BEL engineering*, pH meter digital pen, blender miyako, cetakan sabun dan rotary evaporator.

Bahan:

Ekstrak daun kopi robusta, serbuk kopi robusta (*coffea canephora*), gliserin, minyak zaitun, minyak VCO, minyak sawit, NaOH, *fragrance oil*, dan aquadest

2. Prosedur Penelitian

a. Derterminasi Tanaman

Daun kopi robusta (*Coffea chanepora*) dikumpulkan dari desa Kenali, Kecamatan Belalau, Kabupaten Lampung Barat dilakukan proses determinasi di Laboratorium Botani Unila, untuk mengetahui kebenaran dari sampel daun kopi robusta (*Coffea chanepora*).

b. Pembuatan Simplisia Daun Kopi Robusta (*coffea canephora*).

- 1) Diambil daun kopi robusta (*Coffea canephora*) yang segar dan sudah tua.
- 2) Dilakukan sortasi basah pada daun kopi robusta yang sudah dikumpulkan dari daun yang sudah tak layak lagi maupun dari kotoran-kotoran yang menempel.
- 3) Dicuci daun kopi robusta dengan bersih pada air yang mengalir
- 4) Setelah dirajang, daun kopi robusta dikeringkan. Proses pengeringan dilakukan dengan menggunakan kombinasi sinar matahari dan oven pada suhu kurang dari 60°C (Depkes RI, 1995).
- 5) Setelah kering, disortir kembali simplisia dari kotoran yang tersisa.
- 6) Dihaluskan simplisia menggunakan blender, kemudian serbuk simplisia diayak menggunakan ayakan *mesh* no. 40 untuk mendapatkan bubuk simplisia yang halus.

c. Pembuatan Ekstrak Daun Kopi Robusta (*Coffea canephora*).

Marjoni (2016:41-42) menyatakan bahwa prosedur berikut dapat digunakan dalam ekstraksi serbuk simplisia menggunakan metode maserasi :

- 1) Ditimbang 300 gram serbuk simplisia daun kopi robusta (*Coffea canephora*) Dengan menggunakan neraca analitik
- 2) Dimasukkan serbuk simplisia yang telah ditimbang ke wadah gelap atau wadah tertutup
- 3) Direndam serbuk simplisia dengan 2.100 ml pelarut etanol 96%
- 4) Ditutup wadah dengan aluminium foil dan biarkan di tempat bebas cahaya selama tiga hari sambil diaduk setiap 5 jam. Lakukan selama \pm 5 menit tiap satu kali pengadukan
- 5) Setelah waktu perendaman selesai, disaring maserat maserasi dan pisahkan dari ampasnya
- 6) Selanjutnya ampas sisa maserasi direndam menggunakan 900 ml pelarut etanol 96% selama tiga hari, sambil diaduk tiap 5 jam sekali. Lakukan selama \pm 5 menit tiap satu kali pengadukan
- 7) Disaring kembali maserat hasil remaserasi dan dipisahkan dari ampasnya, lalu satukan dengan filtrat hasil maserasi
- 8) Kemudian filtrat dipekatkan dengan cara menguapkan di suhu 50°C dalam rotary evaporator
- 9) Selanjutnya dilakukan pengentalan menggunakan waterbath di suhu 50°C.
- 10) Ekstrak yang diperoleh dimasukkan kedalam wadah ekstrak kemudian ditimbang
- 11) Setelah itu rendemen ekstrak dapat dihitung dengan rumus :

$$\% \text{ Rendemen} = \frac{\text{Berat Ekstrak} \times 100\%}{\text{Berat Simplisia}}$$

d. Pembuatan Sabun Padat

Tabel 3.1 Formula sebelumnya yang digunakan “ Formula sabun padat dengan ekstrak daun beluntas (*Pluchea indica L.*)”

Bahan	F1	F2	F3
Daun Beluntas (<i>Pluchea indica L.</i>)	1%	1%	1%
Gliserin	10%	10%	10%
Minyak Kelapa	18 g	21 g	18 g
Minyak Zaitun	12 g	21 g	18 g
Minyak Sawit	30 g	18 g	24 g
NaOH	8,72 g	7,8 g	7,9 g
Aquadest	20,35 g	20,50 g	20,27 g

Tabel 3.2 Formula Sediaan Sabun Padat Kombinasi Ekstrak Daun Kopi Robusta dan Serbuk Kopi Robusta (*Coffea canephora*)

Bahan	Fungsi	F0	F1	F2	F3
Ekstrak Daun Kopi Robusta (<i>coffea canephora</i>)	Zat aktif	-	1%	2%	3%
Serbuk Kopi Robusta	Zat aktif	3%	3%	3%	3%
Gliserin	Humektan	10%	10%	10%	10%
Minyak Zaitun	Emolien	12gr	12gr	21gr	18gr
Minyak VCO	Emulsi	18gr	18gr	21gr	18gr
Minyak Sawit	Emulsi	30gr	30gr	18gr	24gr
NaOH	Pembentuk sabun	8,72gr	8,72gr	7,8gr	7,9gr
Fragrance Oil	Pengharum	0,5%	0,5%	0,5%	0,5%
Aquadest	Pelarut	ad 60	ad 60	ad 60	ad 60

e. Penimbangan bahan

- 1) Ditimbang ekstrak daun kopi robusta sebanyak 0,6gr di dalam cawan porselen dengan neraca analitik.
- 2) Ditimbang serbuk kopi robusta sebanyak 1,8gr di dalam cawan porselen menggunakan neraca analitik.
- 3) Ditimbang minyak zaitun sebanyak 12gr di dalam cawan porselen menggunakan neraca analitik.
- 4) Ditimbang minyak VCO sebanyak 18gr di dalam cawan porselen menggunakan neraca analitik.
- 5) Ditimbang minyak sawit sebanyak 30gr di dalam cawan porselen menggunakan neraca analitik.
- 6) Ditimbang gliserin sebanyak 6gr menggunakan cawan porselen dengan neraca analitik.
- 7) Ditimbang NaOH sebanyak 8,72gr dalam cawan porselen menggunakan neraca analitik.
- 8) Diukur Fragrance oil sebanyak 0,6gr dalam kaca arloji menggunakan neraca analitik.
- 9) Diambil aquadest sesuai kebutuhan masing-masing formula.
- 10) Timbang untuk F0, F2 dan F3 masing-masing untuk pengulangan.

f. Pembuatan sabun padat

- 1) Disiapkan alat dan bahan.
- 2) Ditimbang semua bahan yang akan digunakan.
- 3) Dimasukkan minyak VCO, minyak sawit, minyak zaitun, dan gliserin kedalam beaker glass 250ml dan aduk hingga homogen.
- 4) Dilarutkan serbuk kopi dengan aquadest, kemudian masukkan kedalam beaker glass 50ml dan aduk selama 5 menit.
- 5) Dilarutkan NaOH dengan aquadest didalam beaker glass 100ml.
- 6) Larutan NaOH tersebut akan panas dan berwarna keputihan, selanjutnya dinginkan dalam suhu ruang.

- 7) Dicampurkan larutan serbuk kopi kedalam beaker glass yang berisi minyak sedikit demi sedikit lalu aduk hingga homogen.
- 8) Dimasukkan minyak dan larutan serbuk kopi yang sudah homogen kedalam blender.
- 9) Larutan NaOH yang telah dingin dimasukkan ke dalam blender, kemudian di blender sehingga homogen, dan sampai trace (kondisi dimana sabun sudah terbentuk dengan tanda massa mengental) dalam waktu 15 menit.
- 10) Ditambahkan esktrak daun kopi robusta kedalam blender dan putar blender selama 5 menit.
- 11) Selanjutnya dimasukkan fragrance oil sebanyak 0,6gr kedalam blender dan putar blender selama 5 menit.
- 12) Massa sabun yang mulai mengental dituang kedalam cetakan dan didiamkan selama 24 jam hingga mengeras.
- 12) Dilakukan prosedur yang sama untuk F0, F2 dan F3 dan dilakukan pengulangan 6 kali untuk masing masing formula (Mulyani *et al.*, 2023)

g. Pengulangan

Pengulangan pada eksperimen ini menggunakan rumus Federer yaitu (Hilmi *et al.*, 2018):

$$(t - 1)(r - 1) \geq 15$$

$$(4 - 1)(n - 1) \geq 15$$

$$3(n - 1) \geq 15$$

$$3n - 3 \geq 15$$

$$3n \geq 15 + 3$$

$$n \geq \frac{18}{3}$$

$$n \geq 6$$

keterangan:

t = jumlah perlakuan

n = jumlah pengulangan

h. Evaluasi sediaan sabun padat

1.) Uji Organoleptik

Uji ini dilakukan oleh peneliti dengan mengamati bentuk, aroma, dan warna dari masing-masing formula sabun.

a.) Penilaian bentuk dilakukan dengan merasakan tekstur sabun padat yang dihasilkan. Bentuk sabun padat yang terdiri dari dua kategori:

1. Lunak homogen, apabila sabun yang dihasilkan lunak
2. Padat sedikit lunak, apabila sabun yang dihasilkan padat tetapi sedikit lunak
3. Padat, apabila sabun yang dihasilkan padat

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

1. Cream, apabila warna yang dihasilkan cream.
2. Coklat muda, apabila warna yang dihasilkan coklat muda.
3. Coklat tua, apabila warna yang dihasilkan berwarna coklat tua.

c.) Penilaian aroma sabun padat dilakukan dengan mendekatkan sabun padat ke indra penciuman dengan jarak 1-2 cm. aroma yang dihasilkan sabun padat dibagi menjadi 3 kategori:

1. Tidak beraroma, apabila tidak terdapat bau khas pada sediaan sabun padat.
2. Aroma lemah, apabila tercium aroma khas setelah didekatkan ke indra penciuman lebih dari 15 detik.
3. Aroma kuat, apabila langsung tercium aroma khas yang kuat dari sabun padat kerika didekatkan ke indra penciuman (Fitri *et al.*, 2023)

2.) Uji pH

Nilai pH diukur dengan pH meter yaitu berkisar 8-11. pH fisiologi kulit berkisar antara 4,5-6,5 meter.

Bahan :

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

Alat :

- a.) pH meter
- b.) beaker glass
- c.) batang pengaduk

Prosedur :

- a.) Dibuat sampel 10% dengan cara 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.) Dicelupkan elektroda yang telah dibersihkan dengan air suling ke dalam sampel.
- d.) Dicatat dan baca nilai pH pada skala pH meter yang ditunjukkan jarum skala (SNI-06-4085-1996, 1996)

3.) Uji Kadar air

Kadar air pada sabun padat yaitu maksimal 15,0%.

Bahan :

- 1. Sabun padat sampel

Alat :

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

Prosedur :

- a) Ditimbang cawan petri yang telah dikeringkan dalam oven pada suhu $\pm 105^{\circ}\text{C}$ selama 30 menit (b0).
- b) Ditimbang $(5 \pm 0,01)\text{g}$ sampel uji ke dalam cawan petri di atas (b1).
- c) Panaskan dalam oven pada suhu $\pm 105^{\circ}\text{C}$ selama 1 jam.
- d) Dinginkan dalam desikator sampai suhu ruang lalu ditimbang (b2).
- e) Ulangi cara kerja huruf c dan d sampai bobot tetap.

f) Hitung dengan rumus:

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

Keterangan:

Kadar air dalam satuan % fraksi massa

b_0 : bobot cawan kosong (g)

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

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

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

Pengeringan dilakukan hingga mencapai berat stabil, yaitu ketika hasil dua kali penimbangan berturut-turut memiliki selisih tidak lebih dari 0,0005 gram (Roth dan Blaschke, 1985:119)

4.) Uji Alkali bebas dan Asam lemak bebas

Kadar alkali bebas pada sabun padat yaitu maksimal 0,1% dan kadar asam lemak bebas pada sabun yaitu maksimal 2,5%.

Bahan:

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

Peralatan:

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

Prosedur:

- a) Dilarutkan $(5 \pm 0,01)$ g contoh uji dengan 200ml etanol netral kedalam Erlenmeyer panaskan di atas hotplate sampai sabun terlarut seluruhnya.
- b) Saat hampir mendidih, masukkan 0,5ml indikator *fenolftalein* 1%.

- c) Jika larutan tersebut bersifat asam (penunjuk *fenolftalein* tidak berwarna), titrasi dengan larutan standar KOH sampai timbul warna merah muda yangstabil.
- d) Jika larutan tersebut bersifat alkali (penunjuk *fenolftalein* berwarna merah), titrasi dengan larutan HCl sampai warna merah tepat hilang.
- e) Hitung 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

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

Keterangan:

Asam lemak bebas dalam satuan % fraksi massa

V : volume KOH yang digunakan (ml)

N : normalitas KOH yang digunakan

b : bobot contoh uji (mg)

282 : berat ekuivalen asam oleat ($C_{18}H_{34}O_{32}$)

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

E. Metode Pengumpulan Data

Pada penelitian ini dilakukan uji organoleptik, pH, kadar air dan uji alkali bebas dan asam lemak bebas. Semua uji dilakukan oleh peneliti. Pengujian organoleptik meliputi warna, aroma dan bentuk. Data dikumpulkan dengan tabel *checklist*. Pengujian pH dilakukan dengan pengamatan pH sabun yang tertera pada pH meter dan kemudian dibandingkan dengan persyaratan dalam literatur.

Pengujian kadar air dilakukan dengan menghitung selisih bobot sabun sesudah dan sebelum dikeringkan kedalam oven, perhitungan ditentukan berdasarkan rumus yang ada pada literature. Pengujian alkali bebas atau asam lemak bebas dilakukan dengan menghitung menggunakan rumus yang sudah ditentukan dan berdasarkan data volume KOH/HCl, normalitas KOH/HCl yang digunakan, dan bobot sampel uji.

F. Pengolahan dan Analisis Data

Pengolahan data adalah langkah-langkah yang digunakan untuk menganalisis data yang sudah diperoleh.

1. Pengolahan Data

Pengolahan data pada penelitian dilakukan secara manual dan juga menggunakan komputer. Data yang telah didapat dibandingkan dengan persyaratan yang ada pada literatur dengan melalui proses:

a. Editing

Pada tahap pengolahan, data yang diperoleh dari observasi diperiksa kembali. Semua lembar pengujian dilakukan pengecekan kembali yang meliputi organoleptik, pH, kadar air dan alkali bebas dan asam lemak bebas dengan memeriksa kelengkapan data untuk diproses lebih lanjut.

b. Coding

Setelah semua data telah melewati tahap pengeditan, kemudian dilakukan pengkodean dengan mengubah kalimat atau karakter menjadi dua digit atau angka untuk memudahkan dalam melakukan analisis. Pengkodean dilakukan dengan cara berikut: 1=Lunak, 2=Padat sedikit lunak, dan 3=Padat

c. *Entrying*

Semua data yang sudah melewati tahap *editing* dan *coding* kemudian dimasukkan ke dalam aplikasi pengolahan angka dan kata untuk dianalisis. Data tersebut dimasukkan ke dalam komputer pengolahan table dan data lalu disesuaikan dengan kode yang dimasukkan pada setiap pengujian dalam evaluasi seperti organoleptik, pH, kadar air dan alkali bebas dan asam lemak bebas kemudian dianalisis untuk memperoleh persentasenya.

d. Tabulasi

Seluruh data yang sudah dianalisis dan diperoleh hasil data selanjutnya dibuat dalam bentuk tabel untuk mempermudah dalam menganalisis dan disajikan dalam bentuk grafik agar lebih mudah dalam pemahaman.

2. Analisis data

Analisis yang digunakan dalam penelitian ini yaitu analisis univariat yaitu analisis yang dilakukan terhadap setiap variabel dari hasil penelitian. Analisis ini menampilkan hasil nilai 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 pH, kadar air dan alkali bebas dan asam lemak bebas yang akan dibandingkan dengan literatur. Untuk variabel organoleptik ditampilkan dalam bentuk tabel.