BAB III
METODE PENELITIAN

3.1 Jenis dan Rancangan Penelitian

Jenis penelitian menggunakan pra-eksperimental dimana perlakuan pengujian sediaan *Facial Wash* dilakukan dengan menggunakan konsentrasi ekstrak 3%, 5%, 7% (Khoerinam lulu, 2015). Pengujan dilakukan secara organoleptic, pH, viskositas dan uji daya busa, uji daya lekat, uji daya sebar serta pengujian aktivitas antioksidan. Penelitian ini akan dilakukan di Laboratorium Bahan Alam, Laboratorium Teknologi sediaan dan Laboratorium Riset Fakultas Farmasi Universitas Buana Perjuangan Karawang.

3.2 Sampel

Sampel pengujian di ambil dari tanaman Bunga Kertas (*Bougenville glabra*) dari yaitu pada bagian bunga yang dijadikan ekstrak dengan pelarut etanol 70%. Ekstrak bunga kertas (*Bougenvillae glabra)* didapatkan dari Balai Penelitian Tanaman Rempah dan Obat (BALITRO)

3.3 Bahan dan Alat yang digunakan

3.3.1 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian meliputi Ekstrak Bunga Kertas, Propylen glikol (PT. Brataco), gliserin (PT. Brataco), Potassium cocoate (BanaranSoap), KOH, Parfume, Aquadest. DPPH (*2,2-Dipheny-1-pikriidrazil*) (Laboratorium UBP Karawang)

3.3.2 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu Gelas kimia (Pyrex), Erlenmeyer (Pyrex), Spatel, Gelas ukur (Pyrex), Labu ukur (Pyrex), Kertas perkamen, Pipet tetes, Timbangan analitik (Mettler Toledo), pH meter, waterbath, spektrofotometer UV-Vis, batang pengaduk, spatula, blender (Phillips), *viscometer lamy rheology*, pH meter, labu ukur (pyrex), botol *facial wash*

3.4 Variabel Penelitian

3.4.1 Variabel Bebas

Variable bebas yang terlibat pada penelitian ini yaitu uji antioksidan dari ekstrak bunga kertas (*Bougenville*) dengan konsentrasi F1 : ekstrak konsentrasi 8%, F2 : ekstrak konsentrasi 9%, dan F3 : ekstrak konsentrasi 10% (Khoerinam lulu, 2015)

3.4.2 Variabel Terikat

Variable terikat pad penelitian ini adalah pengujian organoleptis yaitu meliputi uji warna, bau, dan bentuk, uji pH, uji viskositas, uji homogenitas, uji daya busa, dan uji antioksidan dengan DPPH.

3.5 Definisi Operasional Variabel

Berikut ini adalah tabel definisi operasional variabel yang terdapat pada penelitian ini, yaitu

Tabel 6. Definisi Operasional Variabel

No	Variabel	Definisi	Alat Ukur	Skala	Hasil ukur
Variabel Bebas					
1	Formula sediaan *Facial Wash*	Formula *Facial Wash* ekstrak bunga kertas	-	Nominal	1. F1: Konsentrasi ekstrak 3% 2. F2 : Konsentrasi ekstrak 5% 3. F3 : Konsentrasi ekstrak 7%
Variabel Terikat					

2	Warna	Parameter fisik menggunakan indera mata dalam pengujian sampel *Facial Wash*	Uji organoleptic dengan panca indera	Nominal	1. Pink Pucat 2. Tidak Berwarna
3	Bau	Parameter fisik menggunakan indera penciuman dalam pengujian sampel *Facial Wash*	Uji organoleptic dengan panca indera	Nominal	1. Bau Khas 2.Tidak Berbau
4.	Bentuk	Parameter fisik menggunakan indera mata dalam pengujian sampel *Facial Wash*	Uji Organoleptik dengan panca indera	Nominal	1. Cair 2. Setengah gel Cair 3. Gel
5.	Homogenitas	Uji homogenitas *Facial Wash* dilakukan dengan mengoleskan *Facial Wash* pada beaker glass untuk diamati homogenitasnya	Uji homogenitas menggunakan beaker glass	Nominal	1. Homogen 2.Tidak Homogen
6.	pH	Nilai pH pada sediaan *Facial Wash* yg ditunjukkan sesuai dengan pH kulit oleh pH meter	pH Meter	Rasio	Angka dalam pH meter

7.	Uji Viskositas	Viskositas *facial wash* ekstrak bunga kertas diukurr menggunakan viskometer. Sampel diletakkan sekitar 30 g pada cone. Pengukuran dilakukan dengam meningkatkan laju geser dari 0.5/detik sampai 100/detik dan viskositas dibaca pada setiap putaran per menit.	alat Viskometer Brookfield	Rasio	cP
8.	Uji Daya Busa	Kemampuan membentuk busa facial wash diukur dengam melarutkan sampel dalam air paada gelas ukur. Sampel ditimbang sebanyak 1 gr, dimasukkan ke dalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan aquades sampai 10 ml, dikocok dengan membolak-	Batang pengaduk	-	-

UBP KARAWANG

		balikkan tabung reaksi, lalu segera diukur tinggi busa yang dihasilkan. Kemampuaam pembentukan busa dihitung dengam mengukur tinggi busa dan stabilitas busa diukur dengan menghitung waktu busa mulai hilang. Tabung didiamkan selama 5 menit, kemudian diukur lagi tinggi busa yang dihasilkan setelah 5 menit. Tinggi busa yang terbentuk kemudian dicatat.			
9.	Uji aktivitas antioksidan dengan metode DPPH	Pengukuran aktivitas antioksidan pada ekstrak dan sediaan *Facial Wash* ekstrak bunga kertas menggunakan metode DPPH	Spektrofotometr UV-Vis	Rasio	µg/L

3.6 Prosedur Penelitian

3.6.1 Simplisia

Sampel berupa bunga kertas dari tanaman hias yang di manfaatkan untuk penelitian ini, mulai dari tahap pengumpulan sampel bunga kertas yang kemudian disortasi basah dan selanjutnya di cuci bersih hingga tidak ada kotoran yang menempel, lalu melakukan proses pengeringan dilanjutkan dengan proses sortasi kering yang bertujuan untuk menghasilkan simplisia yang bagus dan berkualitas.

3.6.2 Determinasi Tanaman

Tanaman Bunga Kertas Pink (*Bougainvillea glabra*) yang digunakan dideterminasi di Laboratorium Materia Medica Batu Malang. Tujuan determinasi untuk mendapatkan kebenaran identitas dengan jelas dari tanaman yang diteliti dan menghindari kesalahan dalam pengumpulan bahan utama penelitian (Dewi, 2015)

3.6.3 Ekstraksi

Serbuk simplisia bunga kertas pink *(Bougainvillea glabra)* diekstrasi menggunakan pelarut etanol 70% dengan metode maserasi hingga mendapatkan ekstrak cair, kemudian ekstrak cair dipekatkan dengam menggunakan alat yaitu *rotary evaporator* untuk mendapatkan hasil ekstrak yang kental.

Ekstrak yang didapat, selanjutnya dihitung rendemen ekstrak dengan rumus sebagai berikut :

$$\%\ Rendemen = \frac{Bobot\ total\ ekstrak}{Bobot\ serbuk\ simplisia}\ x\ 100\%$$

3.6.4 Skrining Fitokimia

Skrining fitokimia dilakukan untuk mengetahui kandungan metabolit sekunder pada ekstrak etanol bunga kertas. Metabolit sekunder yang diuji antara lain alkaloid, flavonoid, saponin, triterpenoid, dan fenol

a. Uji Alkaloid

Sebanyak 0,5 gram ekstrak etanol dilarutkan dalam larutan HCl encer kemudian disaring, lalu ditambahkan reagenwagner. Terjadinya endapan berwarna kuning menandakan adanya senyawa alkaloid. (Haveni, 2019)

b. Uji Flavonid

Sebanyak 0,5 gram ekstrak etanol dilarutkan kembali dengan 2 mL etanol dan ditambahkan 3 tetes larutan NaOH. Terjadinya perubahan intensitas warna kuning menjadi tidak berwarna pada penambahan H_2SO_4 mengidentifikasikan adanya senyawa flavonoid (Haveni, 2019)

c. Uji Saponin

Sebanyak 0,5 gram ekstrak etanol dilarutkan dalam 20 mL aquades, kemudian larutan dikocok dalam labu ukur selama 10 menit. Terbentuknya busa setinggi 1 cm mengidentifikasikan adanya senyawa saponin. (Haveni, 2019)

d. Uji Triterpenoid

Sebanyak 0,5 gram ekstrak etanol dilarutkan dalam kloroform dan disaring, kemudian filtrat ditambahkan beberapa tetes asam sulfat dan dikocok. Terbentuknya warna kuning emas menandakan adanya senyawa triterpene (Haveni, 2019)

e. Uji Fenol

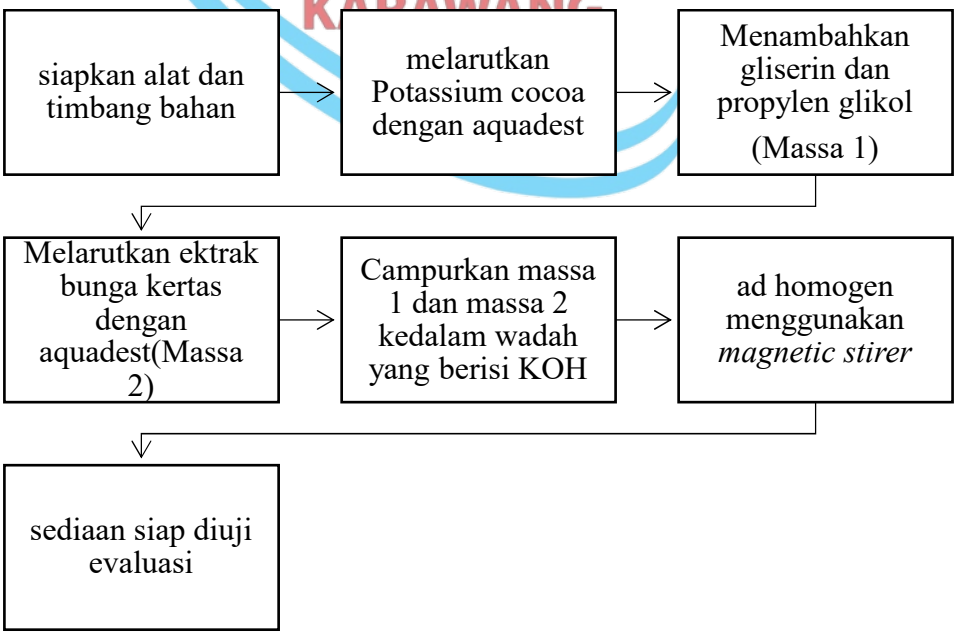
Sebanyak 0,5 gram ekstrak etanol dilarutkan kembali dengan 2 mL etanol dan ditambahkan 3 tetes larutan $FeCl_3$. Terbentuknya warna hitam kebiruan menandakan adanya senyawa fenol. (Haveni, 2019)

3.6.5 Pembuatan Formulasi *Facial Wash*

Tabel 7. Formulasi Sediaan *Facial Wash* (Haveni, Khoerinam., 2015)

Bahan	Formula (%)				Range	Fungsi
	F0	F1	F2	F3		
Ekstrak Bunga Kertas	-	3%	5%	7%	1-10%	Antioksidan
Potassium Cocoate	15%	15%	15%	15%	15%	Basis Sabun
Glycerin	15%	15%	15%	15%	30%	Zat Pembasah
Propilen glikol	15%	15%	15%	15%	15%	Stabilizing agent
KOH	20%	20%	20%	20%	20 - 40%	zat Pembasa
Asam Laktat	5%	5%	5%	5%	5%	Pengatur Keasaman
Fragrance	q.s	q.s	q.s	q.s	q.s	Pengharum
Aquadest	Ad 100 ml	Ad 100 ml	Ad 100 ml	Ad 100 ml		Pelarut

Prosedur Pembuatan



Gambar 2. Prosedur Pembuatan sediaan *Facial Wash*

Formulasi dibuat dengan zat aktif yang tinggi antioksidan yaitu ekstrak bunga kertas (*Bougainvillea glabra*) dengan menggunakan Potassium cocoat sebagai basis sediaan yang dilarutkan dengan aquadest dan menggunakan kontrol positif yaitu quersetin yang berfungsi sebagai pembanding nilai antioksidan.

3.7 Evaluasi Fisik Sediaan

3.7.1 Uji Organoleptik

Uji organoleptis dilakukan secara visual, komponen yang dievaluasi meliputi bau,warna, bentuk, dan tekstur sediaan. Tujuan dari uji organoleptic adalah untuk mengetahui indikasi kebusukan, pencampuran baham yang tidak merata serta mengetahui tekstur sediaan (Yuniarsih, *et al* 2020)

3.7.2 Uji Homogenitas

Uji homogenitas *Facial Wash* dilakukan dengan cara sediaan *Facial Wash* dituangkan pada beaker glass untuk diamati homogenitasnya. Tujuan dari uji homogentitas adalah mengetahui bahwa sediaam sudah tercampur secara merata (Yuniarsih, *et al* 2020)

3.7.3 Uji pH

Pengukuran nilai pH pada facial wash menggunakan pH meter, sampel dimasukkan dalam beaker glass. Elektroda dicelupkan dalam larutan tersebut. Nilai pH yang stabil tertera dalam alat kemudian dicatat. Tujuan dari uji pH adalah menentukan nilai pH yang sesuai dengan syarat pH wajah berada direntang 4-5,5(Yuniarsih, *et al* 2020)

3.7.4 Uji Daya Busa

Kemampuan membentuk busa facial wash dengan cara sampel dalam masuk kan pada gelas ukur. Sampel dimasukkan sebanyak 2 ml, dimasukkan ke dalam tabung reaksi, dikocok dengan membolak-balikkan tabung reaksi, lalu segera diukur tinggi busa yang dihasilkan. Kemampuan pembentukan busa dihitung dengan mengukur tinggi busa dan stabilitas busa diukur dengan menghitung waktu busa mulai hilang.

Tabung didiamkan selama 5 menit, kemudian diukur lagi tinggi busa yang dihasilkan setelah 5 menit. Tinggi busa yang terbentuk kemudian dicatat. (Yuniarsih, *et al* 2020)

3.7.5 Uji Viskositas

Viskositas facial wash ekstrak bunga kertas diukur menggunakan viscometer lamy rheology. Sampel diletakkan sekitar 30 g pada cone. Pengukuran dilakukan dengan meningkatkan laju geser dari 0.5/detik sampai 100/detik dan viskositas dibaca pada setiap putaran per menit (Yuniarsih, *et al* 2020)

3.8 Metode Pengujian Antioksidan

A. Pembuatan Larutan DPPH 0,1 mM

Membuat larutan dengan cara menimbang 1,98 mg yang kemudian dilarutkan dengan methanol p.a kedalam labu ukur 50 mL, selanjutnyaa menempatkan larutan DPPH kedalam botol gelap (Haveni. *et al*., 2019)

B. Pembuatan Larutan Sampel Ekstrak Etanol Bunga Kertas

Membuat larutan induk 50 ppm ekstrak etanol bunga kertas dengan pelarut methanol p.a sebanyak 50 ml. kemudian membuat variasi konsentrasi 12,5 ppm, 25 ppm, 50 ppm, dan 75 ppm (Haveni. *et al*., 2019)

C. Pembuatan Larutan Pembanding

Membuat stok 100 ppm quersetin yang dilarutkan dengan methanol p.a yang dibuat beberapa konsentrasi yaitu 12,5 ppm, 25 ppm, 50 ppm, dan 75 ppm (Haveni. *et al*., 2019)

Pengukuran Aktivitas Antioksidan Ekstrak Bunga Kertas

Mengambil sebanyak 2 ml ekstrak yang telah dilarutkan dengan methanol p.a dan beberapa variasi konsentrasi (12,5 ppm, 25 ppm, 50 ppm, dan 75 ppm). Selanjutnya dan setiap variasi konsentrasi dicampurkan dengan larutan DPPH 0,1 mM sebanyak

0,6 ml, kemudian setelah dicampurkan dilanjutkan dengan inkubasi selama 30 menit dengan wadah yang tertutup rapat dan disimpin ditempat gelap dengan suhu 37ºC. Lalu selanjtnya melakukan pengukuran absorbansi dengan menggunakan spektrofotometer *Uv-Visible* dengan Panjang gelombang 517 nm (Haveni. *et al*., 2019)

D. Pengukuran Aktivitas Antioksidan Sampel Pembanding

Mengambil sebanyak 2 ml ekstrak yang telah dilarutkan dengan methanol p.a dan beberapa variasi konsentrasi (30 ppm, 35 ppm, 40 ppm, 45 ppm, dan 50 ppm). Selanjutnya dan setiap variasi konsentrasi dicampurkan dengan larutan DPPH 0,1 mM sebanyak 0,6 ml, kemudian setelah dicampurkan dilanjutkan dengan inkubasi selama 30 menit dengan wadah yang tertutup rapat dan disimpin ditempat gelap dengan suhu 37ºC. Lalu selanjtnya melakukan pengukuran absorbansi dengan menggunakan spektrofotometer *Uv-Visible* dengan Panjang gelombang 517 nm (Haveni. *et al*., 2019)

3.9 Stabilitas Sediaan

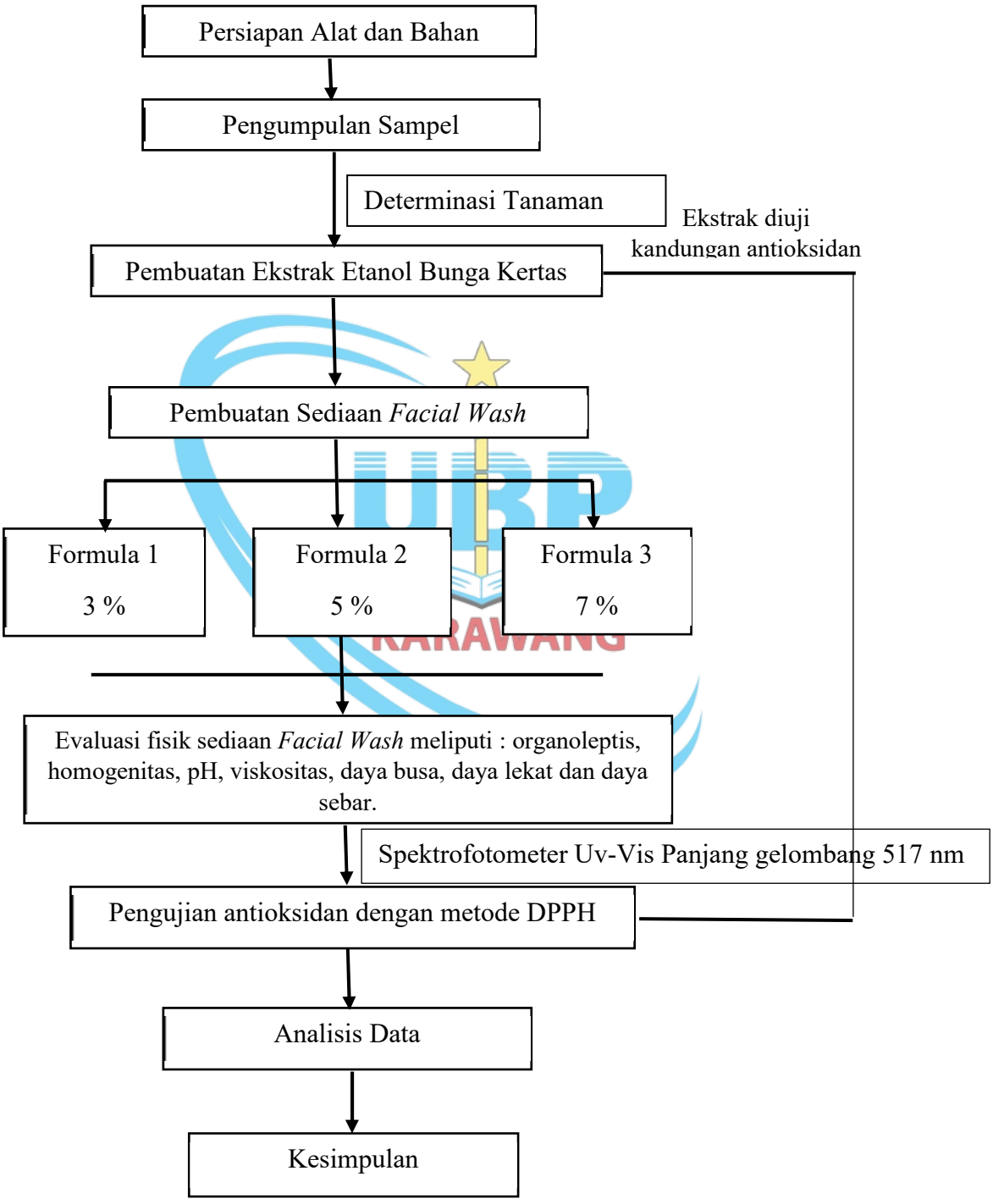
Evaluasi *Facial wash*

- Penyimpanan sampel *facial wash* pada suhu tinggi 40ºC (Rieger M, 2000) selama 8 minggu kemudian dilakukan pengamatan organoleptis (amati bau, dan homogenitas) pengukuran pH setiap 2 minggu
- Penyimpanan sampel *facial wash* pada suhu kamar ±29ºC selama 8 minggu, kemudian dilakukan pengamatan organoleptis (diamati bau, warna, dan homogenitas), pengukuran pH setiap 2 minggu
- Penyimpanan sampel pada Bawah sinar matahari (Rieger M, 2000) selama 8 minggu kemudian dilakukan pengamatan organoleptis (amati bau, dan homogenitas) pengukuran pH setiap 2 minggu

Analisis Data

Analisis data ini menggunakan program Statview dengan melihat perbedaan formula *facial wash* yang mengandung antioksidan yang tinggi disertai dengan melihat uji organoleptis meliputi warna, bau bentuk dan homogenitas. Dan analisis data yang digunakan yaitu *one way* ANOVA jika data terdistribusi normal, apabila tidak terdistribusi normal menggunakan uji Kruskal wallis dengan Pos hoc man-Whitney.

3.12 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3. Diagram Alir Penelitian