

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Jenis dan Rancangan Penelitian

Rancangan penelitian menggunakan metode eksperimental dengan Rancangan Acak Lengkapp (RAL) dimana pengujian dilakukan berdasarkan variasi perlakuan K^+ (SLS), K^- (Non SLS), variasi ekstrak daun waru dengan konsentrasi 5%, 7,5%, 10%, 12,5%, dan 15%. Pengujian dilakukan secara organoleptik, uji homogenitas, uji pH, uji stabilitas tinggi busa, uji bobot jenis, uji viskositas, dan uji *cycling test*.

3.2 Sampel

Ekstrak daun waru (*Hibiscus tiliaceus* L.) yang didapatkan dari Balai Besar Penelitian dan Pengembangan Tanaman Obat dan Obat Tradisional.

3.3 Bahan dan Alat

3.3.1 Bahan

Ekstrak daun waru (*Hibiscus tiliaceus* L.) yang berasal dari Balai Besar Penelitian dan Pengembangan Tanaman Obat dan Obat Tradisional (B2P2TOOT) Jawa Tengah, aquadest, asam stearat, cocamid DEA, kalium hidroksida (Bratacho), VCO (Beorganik), NaCl, Na – CMC, natrium benzoat, Sodium Lauryl Sulfat (SLS), parfum, vitamin E.

3.3.2 Alat

Alat – alat yang digunakan adalah batang pengaduk, gelas kimia 100 mL dan 250 mL (Pyrex ® Iwaki), cawan penguap, gelas ukur 25 mL dan 50 mL (Pyrex ® Iwaki), gelas arloji, hot plate (Thermo Scientific), magnetic stirrer bar, pH meter (ISTEK), viskometer (Lamy Rheology), wadah sabun.

3.4 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Bahan Alam dan Laboratorium Teknologi dan Mikrobiologi Farmasi Universitas Buana Perjuangan Karawang. Tanaman yang digunakan pada penelitian ini di determinasi terlebih dahulu untuk memastikan kebenaran dari tanaman yang digunakan. Determinasi dilakukan di B2P2TOOT.

3.5 Variabel Penelitian

3.5.1 Variabel Bebas

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah variasi konsentrasi ekstrak daun dengan perlakuan K⁺ (SLS), K⁻ (Non SLS), variasi ekstrak daun waru dengan konsentrasi 5%, 7,5%, 10%, 12,5%, dan 15%.

3.5.2 Variabel Terikat

Variabel terikat pada penelitian ini uji organoleptik, uji homogenitas, uji pH, uji viskositas, uji bobot jenis, uji stabilitas tinggi busa, dan uji *cycling test*.

3.5.3 Definisi Operasional Variabel

Definisi operasional variabel yang terdapat pada penelitian ini dijelaskan pada tabel berikut ini.

Tabel 3.1 Definisi Operasional Variabel

No	Variabel	Definisi	Alat Ukur	Skala	Hasil Ukur
Variabel Bebas					
1	Variasi konsentrasi ekstrak daun waru	Konsentrasi ekstrak daun waru yang digunakan pada masing-masing formula sediaan. Variasi konsentrasi yang digunakan adalah 0% sebagai blanko tanpa ekstrak, dan formula dengan konsentrasi ekstrak sebanyak 5%, 7,5%, 10%, 12,5%, dan 15%.	-	Ordinal	K ⁺ K ⁻ F5% F7,5% F10% F12,5% F15%
Variabel Terikat					
2	Bentuk	Pengujian dengan indera penglihatan	Organoleptik	Nominal	1. Tidak Cair 2. Cair
3	Bau	Pengujian fisik sediaan menggunakan indera penciuman	Organoleptik	Nominal	1. Tidak berbau 2. Bau khas daun waru

4	Warna	Pengujian fisik sediaan menggunakan indera penglihatan	Organoleptik	Nominal	1. Hijau Muda 2. Hijau 3. Hijau Tua
5	Uji Homogenitas	Pengujian dilakukan dengan mengoleskan sampel sabun mandi cair ekstrak daun waru pada kaca objek, kemudian ditutup dengan kaca objek lainnya untuk diamati homogenitasnya	Kaca Objek	Nominal	1. Tidak Homogen 2. Homogen
6	Viskositas	Uji viskositas dengan menggunakan alat <i>Viskometer Lamy Rheology and Plate</i> . Viskositas dibaca pada setiap putaran per menit.	Viskometer Lamy <i>Rheology</i>	Rasio	cP
7	Uji tinggi dan stabilitas busa	Uji kemampuan membentuk busa dihitung dengan mengukur tinggi busa dan stabilitas busa	Penggaris dan stopwatch	Nominal	mm
8	Uji bobot jenis	Berdasarkan SNI, bobot jenis pada sabun mandi cair yaitu 1,01 – 1,1 g/MI	Alat piknometer	Rasio	g/mL
9	Uji pH	Nilai pH pada formula sediaan dengan variasi konsentrasi	pH meter	Rasio	Angka pada pH meter

3.6 Skrining Fitokimia

Uji fitokimia yang dilakukan meliputi :

1. Uji Alkaloid

Siapkan 3 tabung reaksi, kemudian masing-masing tabung diberi 5 mL sampel. Tabung A ditambahkan 4 tetes preaksi wagner, tabung B ditambahkan 4 tetes preaksi mayer, dan tabung C ditambahkan 4 tetes preaksi dragindroff. Reaksi positif adanya alkaloid ditandai dengan terbentuknya endapan warna coklat kemerahan (wagner), endapan warna putih (mayer), dan endapan warna jingga (dragondroff) (Surahmaida *et al.*, 2020).

2. Uji Flavonoid

Ekstrak daun waru sebanyak 2 mL dicampur dengan 3 mL etanol 70% kemudian dikocok, dipanaskan, dan dikocok lagi setelah itu disaring. Filtrat yang diperoleh kemudian ditambahkan serbuk Mg 0,1 g dan tambahkan 5 tetes HCl pekat. Terbentuknya warna kuning, jingga atau merah pada larutan menunjukkan hasil positif adanya flavonoid (Obouayeba *et al.*, 2015).

3. Uji Tanin

5 mL sampel dimasukkan kedalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan 3 tetes larutan $FeCl_3$. Warna hitam kehijauan atau biru tua menunjukkan adanya senyawa tanin (Fahrunnida & Pratiwi, 2015).

4. Uji Saponin

Sampel sebanyak 0,5 gram dilarutkan dalam aquades 10 mL pada tabung reaksi, kemudian dikocok dan ditambahkan 1 tetes larutan asam klorida 2 N. Terbentuknya lapisan busa stabil dengan ketinggian 1-3 cm selama 30 detik mengindikasikan adanya senyawa saponin (Fahrunnida & Pratiwi, 2015).

5. Uji Kuinon

Ambil 6 tetes sampel, kemudian masukkan kedalam tabung reaksi. Tambahkan 2 tetes larutan $CHCl_3$ dan 3 tetes preaksi Liberman Buchard. Jika terjadi perubahan warna merah jingga atau merah ungu, dinyatakan positif mengandung kuinon (Purwati *et al.*, 2017).

6. Uji Triterpenoid dan Steroid

1 mg sampel diletakkan pada plat tetes, kemudian tambahkan 6 tetes asam asetat anhidrat, lalu diaduk menggunakan spatula sampai larut. Selanjutnya ditambahkan satu tetes H_2SO_4 pekat. Jika terbentuk warna ungu hingga jingga

dalam larutan menunjukkan terdapat senyawa triterpenoid, sedangkan jika berwarna biru atau hijau menunjukkan terdapat senyawa steroid (Marliana & Saleh, 2011).

3.7 Formulasi Sediaan Sabun Mandi Cair

Formulasi sediaan sabun mandi cair pada penelitian ini mengacu pada formulasi yang telah dilakukan (Mursal *et al.*, 2021). Sabun cair dibuat dari ekstrak daun waru yang telah dipersiapkan dengan berbagai konsentrasi. Formula yang dibuat terdiri dari 7 formula yaitu F_{sls} (menggunakan SLS) sebagai pembanding, F_0 (tanpa ekstrak dan SLS) sebagai blanko, dan 5 variasi konsentrasi ekstrak daun waru yaitu 5%, 7,5%, 10%, 12,5%, dan 15%.

Tabel 3.2 Formulasi Sabun Mandi cair
Konsentrasi Formulasi % (b/v)

Nama Bahan	F_{sls}	F_0	F_5	$F_{7,5}$	F_{10}	$F_{12,5}$	F_{15}	Keterangan
Ekstrak daun waru	-	-	5	7,5	10	12,5	15	Zat aktif
VCO	20	20	20	20	20	20	20	Pelembab
KOH	4	4	4	4	4	4	4	Pengemulsi
Na CMC	3	3	3	3	3	3	3	Pengemulsi
SLS	1	-	-	-	-	-	-	Surfaktan
Cocamid DEA	2	2	2	2	2	2	2	Pembentuk busa
Asam Stearat	2	2	2	2	2	2	2	Pengemulsi
Na Benzoat	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	Pengawet
NaCl	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	Pengatur viskositas
Vitamin E	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	Pelembut dan pelembab
Pengaroma	q.s	q.s	q.s	q.s	q.s	q.s	q.s	Parfume
Aquadest	Ad	Ad	Ad	Ad	Ad	Ad	Ad	Pelarut
	100	100	100	100	100	100	100	

Keterangan :

F_{sls} : Sabun mandi cair dengan SLS

F_0 : Sabun mandi cair tanpa SLS dan Ekstrak

F_5 : Sabun mandi cair dengan konsentrasi ekstrak sebesar 5%

- F_{7,5} : Sabun mandi cair dengan konsentrasi ekstrak sebesar 7,5%
F₁₀ : Sabun mandi cair dengan konsentrasi ekstrak sebesar 10%
F_{12,5} : Sabun mandi cair dengan konsentrasi ekstrak sebesar 12,5%
F₁₅ : Sabun mandi cair dengan konsentrasi ekstrak sebesar 15%

3.8 Prosedur Kerja

3.8.1 Pengumpulan Daun Waru

1. Pengolahan Simplisia Daun waru

Daun waru diambil, kemudian dicuci dibawah air mengalir. Lakukan sortasi basah pada daun waru, lalu daun waru dicuci untuk menghilangkan tanah atau partikel yang masih menempel pada daun waru tersebut. Lalu dilakukan perajangan pada daun waru, perajangan ini dilakukan untuk mempermudah proses pengeringan, semakin tipis bahan yang dikeringkan maka semakin cepat penguapan air, sehingga mempercepat waktu pengeringan. Kemudian sampel yang telah kering dihaluskan menggunakan belender hingga diperoleh serbuk halus. Setelah itu simplisia disimpan di wadah tertutup.

2. Pembuatan Ekstrak Daun waru

Pembuatan ekstrak daun waru dilakukan dengan menggunakan metode maserasi. Dimulai dengan merendam serbuk kering daun waru sebanyak 1 kg ke dalam 7,5 liter etanol 96%. Proses maserasi ini dilakukan selama 5 hari didalam bejana yang tertutup dan terhindar dari cahaya matahari sambil sesekali diaduk. Setelah 5 hari, ekstrak disaring hingga didapat filtratnya, dan ampas diekstraksi kembali hingga didapat ekstrak yang masih tersisa. Kemudian ekstrak yang diperoleh kemudian dipekatan dengan *rotary evaporator* hingga diperoleh ekstrak yang kental dan diuapkan diatas *water bath* hingga diperoleh ekstrak murni (Lolok *et al.*, 2020).

3.8.2 Pembuatan Sabun Mandi Cair

1. Pembuat Sabun Mandi Cair dengan Sodium Laury Sulfat (SLS)

VCO dan asam stearat dipanaskan hingga suhu 70 °C, diaduk perlahan hingga larut dan homogen. Campuran minyak ditambahkan KOH yang telah dilarutkan sedikit demi sedikit, campuran diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 300 – 400 rpm selama 15 – 40 menit hingga terbentuk pasta

sabun (campuran 1). Na – CMC dikembangkan dengan aquadest di dalam mortir, ditambahkan NaCl yang telah dilarutkan dengan aquadest sedikit demi sedikit hingga homogen lalu pindahkan kedalam gelas kimia (campuran 2). Dimasukkan campuran 1 kedalam campuran 2 aduk hingga homogen. Suhu diturunkan, ditambahkan *sodium lauril sulfat* (SLS) yang telah dilarutkan dengan aquades sedikit demi sedikit hingga homogen. Ditambahkan cocamid DEA aduk hingga homogen. Ditambahkan Na benzoat yang telah dihaluskan, aduk hingga homogen. Ditambahkan vitamin E aduk hingga homogen. Campuran sabun ditambahkan aquades hingga 100 g, aduk hingga homogen. Ditambahkan pengaroma secukupnya aduk hingga homogen. Sediaan sabun mandi cair yang sudah homogen dimasukkan kedalam wadah bersih yang telah disiapkan.

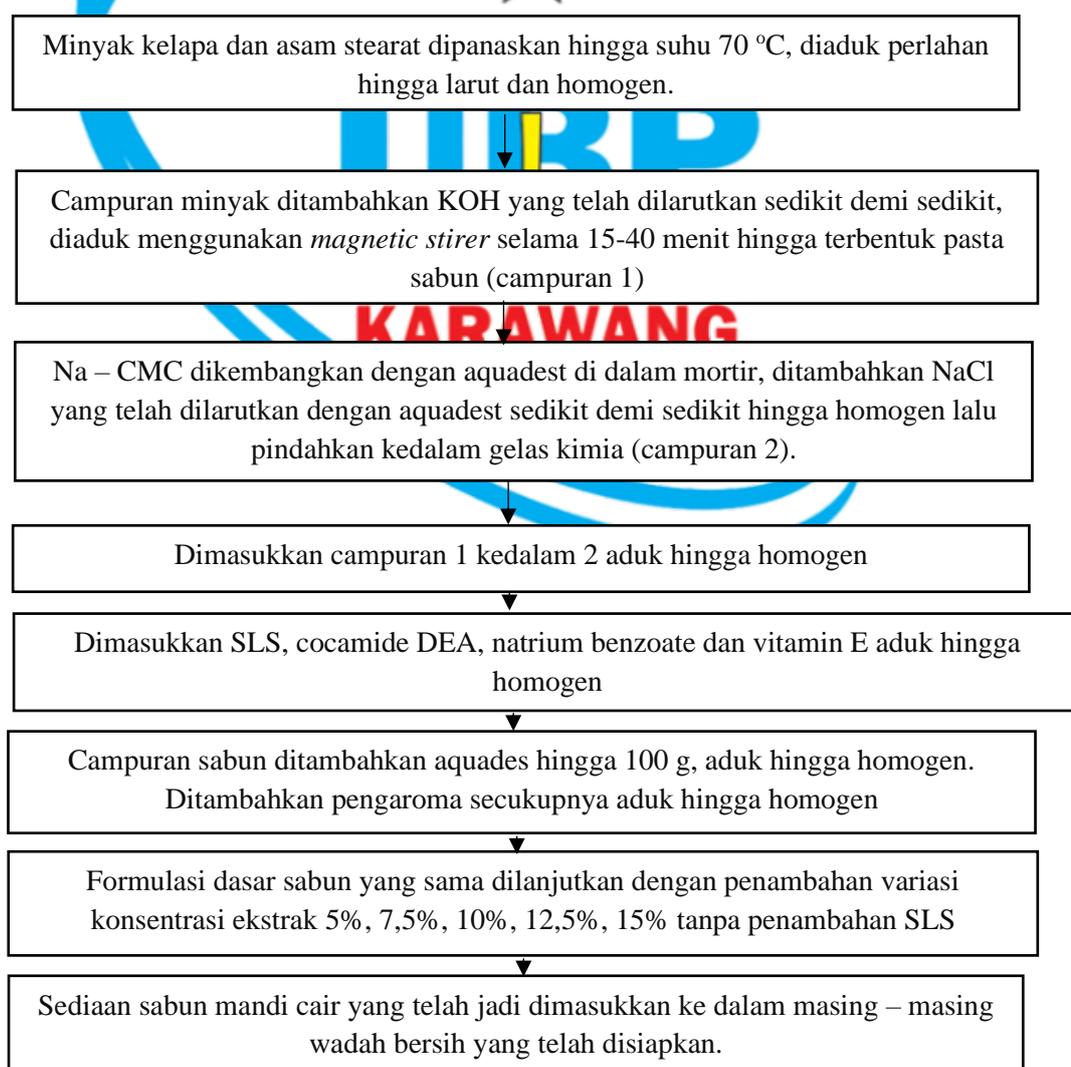
2. Pembuatan Sabun Mandi Cair dengan Ekstrak Daun Waru

VCO dan asam stearat dipanaskan hingga suhu 70 °C, diaduk perlahan hingga larut dan homogen. Campuran minyak ditambahkan KOH yang telah dilarutkan sedikit demi sedikit, campuran diaduk menggunakan *magnetic stirer* dengan kecepatan 300 – 400 rpm selama 15 – 40 menit hingga terbentuk pasta sabun (campuran 1). Na – CMC dikembangkan dengan aquadest di dalam mortir, ditambahkan NaCl yang telah dilarutkan dengan aquadest sedikit demi sedikit hingga homogen lalu pindahkan kedalam gelas kimia (campuran 2). Dimasukkan campuran 1 kedalam campuran 2 aduk hingga homogen. Suhu diturunkan, ditambahkan ekstrak daun waru dengan variasi konsentrasi, aduk hingga homogen. Ditambahkan cocamid DEA aduk hingga homogen. Ditambahkan Na benzoat yang telah dihaluskan aduk hingga homogen. Ditambahkan vitamin E aduk hingga homogen. Campuran sabun ditambahkan aquades hingga 100 g, aduk hingga homogen. Ditambahkan pengaroma secukupnya aduk hingga homogen. Sediaan sabun mandi cair yang sudah homogen dimasukkan kedalam wadah bersih yang telah disiapkan.

3. Pembuatan Sabun Mandi Cair tanpa SLS dan Ekstrak Daun Waru

VCO dan asam stearat dipanaskan hingga suhu 70 °C, diaduk perlahan hingga larut dan homogen. Campuran minyak ditambahkan KOH yang telah dilarutkan sedikit demi sedikit, campuran diaduk menggunakan *magnetic stirer*

dengan kecepatan 300 – 400 rpm selama 15 – 40 menit hingga terbentuk pasta sabun (campuran 1). Na – CMC dikembangkan dengan aquadest di dalam mortir, ditambahkan NaCl yang telah dilarutkan dengan aquadest sedikit demi sedikit hingga homogen lalu pindahkan kedalam gelas kimia (campuran 2). Dimasukkan campuran 1 kedalam campuran 2 aduk hingga homogen. Suhu diturunkan, Ditambahkan cocamid DEA aduk hingga homogen. Ditambahkan Na benzoat yang telah dihaluskan aduk hingga homogen. Ditambahkan vitamin E aduk hingga homogen. Campuran sabun ditambahkan aquades hingga 100 g, aduk hingga homogen. Ditambahkan pengaroma secukupnya aduk hingga homogen. Sediaan sabun mandi cair yang sudah homogen dimasukkan kedalam wadah bersih yang telah disiapkan (Mursal *et al.*, 2021).



Gambar 3.1 Prosedur Kerja Formulasi Sabun Mandi Cair

3.9 Evaluasi Sediaan Sabun Mandi Cair

Uji sifat fisik yang akan dilakukan pada sediaan sabun mandi cair sesuai dengan SNI 06-4085-1996 diantaranya, uji organoleptik, uji homogenitas, uji pH, uji stabilitas tinggi busa, uji bobot jenis, uji viskositas. Dan untuk uji stabilitas sediaan yaitu dilakukan uji *cycling test*.

3.9.1 Uji Organoleptik

Uji organoleptik yang dilakukan pada sabun mandi cair ekstrak daun waru dilakukan dengan mengamati tampilan fisik suatu sediaan diantaranya warna, bentuk dan bau. Menurut standar yang ditetapkan SNI, sabun cair memiliki bentuk yaitu cair serta bau dan warna yang khas.

3.9.2 Uji Homogenitas

Timbang 0,1 g sampel sabun mandi cair, lalu dioleskan secara merata dan tipis diatas kaca transparan. Komposisi sediaan harus memiliki susunan yang seragam dan tidak ada partikel besar yang terlihat (Cahyaningsih *et al.*, 2019).

3.9.3 Uji pH

Uji pH sediaan dilakukan dengan menggunakan pH meter. Metode pengujian pH dilakukan dengan terlebih dahulu memastikan pH meter telah terkalibrasi, kemudian elektroda yang telah dibersihkan dengan aquades dicelupkan ke dalam sampel sabun mandi cair untuk diuji pada suhu ruang. Nilai pH yang ditunjukkan jarum pH meter kemudian dicatat. Menurut SNI, pH sabun mandi cair yang diperbolehkan antara 8 – 11 (Indrasari, 2016).

3.9.4 Uji Viskositas

Viskositas sediaan sabun mandi cair diukur dengan menggunakan *viskometer lamy rheology* menggunakan spindle no. 4 pada kecepatan 3 rpm dan shear rates yang sama dan dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali. Nilai standar sabun cair yang telah ditetapkan oleh SNI yaitu 10.000 – 65.000 cP (Cahyaningsih *et al.*, 2019).

3.9.5 Uji Bobot Jenis

Menurut standar yang telah ditetapkan SNI, standar bobot jenis pada sabun cair yaitu 1,01 – 1,1 g/mL. Berat jenis sabun mandi cair ekstrak daun waru dilakukan dengan menggunakan piknometer. Ditimbang piknometer kosong dan

dicatat beratnya. Piknometer tersebut kemudian diisi air dan ditimbang. Ditempatkan pada piknometer yang sama sampel sabun kemudian ditimbang (Sari & Ferdinan, 2017). Rumus bobot jenis :

$$\text{Bobot jenis} = \frac{W_2 - W_0}{W_1 - W_0}$$

W_0 = Berat piknometer kosong

W_1 = Berat piknometer + aquades

W_2 = Berat piknometer + sampel

3.9.6 Uji Tinggi dan Stabilitas Busa

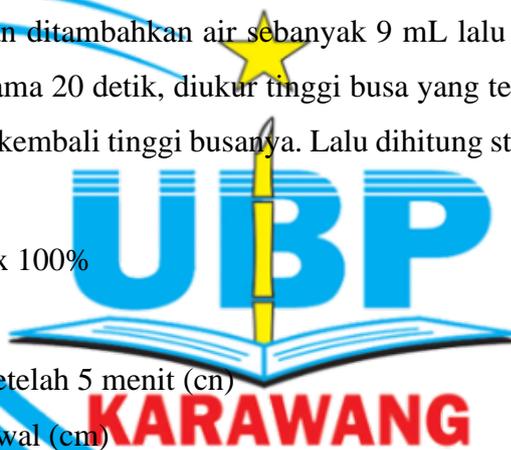
Uji tinggi busa masukkan sediaan sebanyak 1 mL dimasukkan kedalam tabung reaksi kemudian ditambahkan air sebanyak 9 mL lalu diaduk hingga larut kemudian dikocok selama 20 detik, diukur tinggi busa yang terbentuk. Didiamkan selama 5 menit diukur kembali tinggi busanya. Lalu dihitung stabilitas busa dengan rumus :

$$\% \text{ Stabilitas busa} = \frac{H}{H_0} \times 100\%$$

Keterangan :

H : Tinggi busa setelah 5 menit (cm)

H_0 : Tinggi busa awal (cm)



3.9.7 Uji Cycling Test

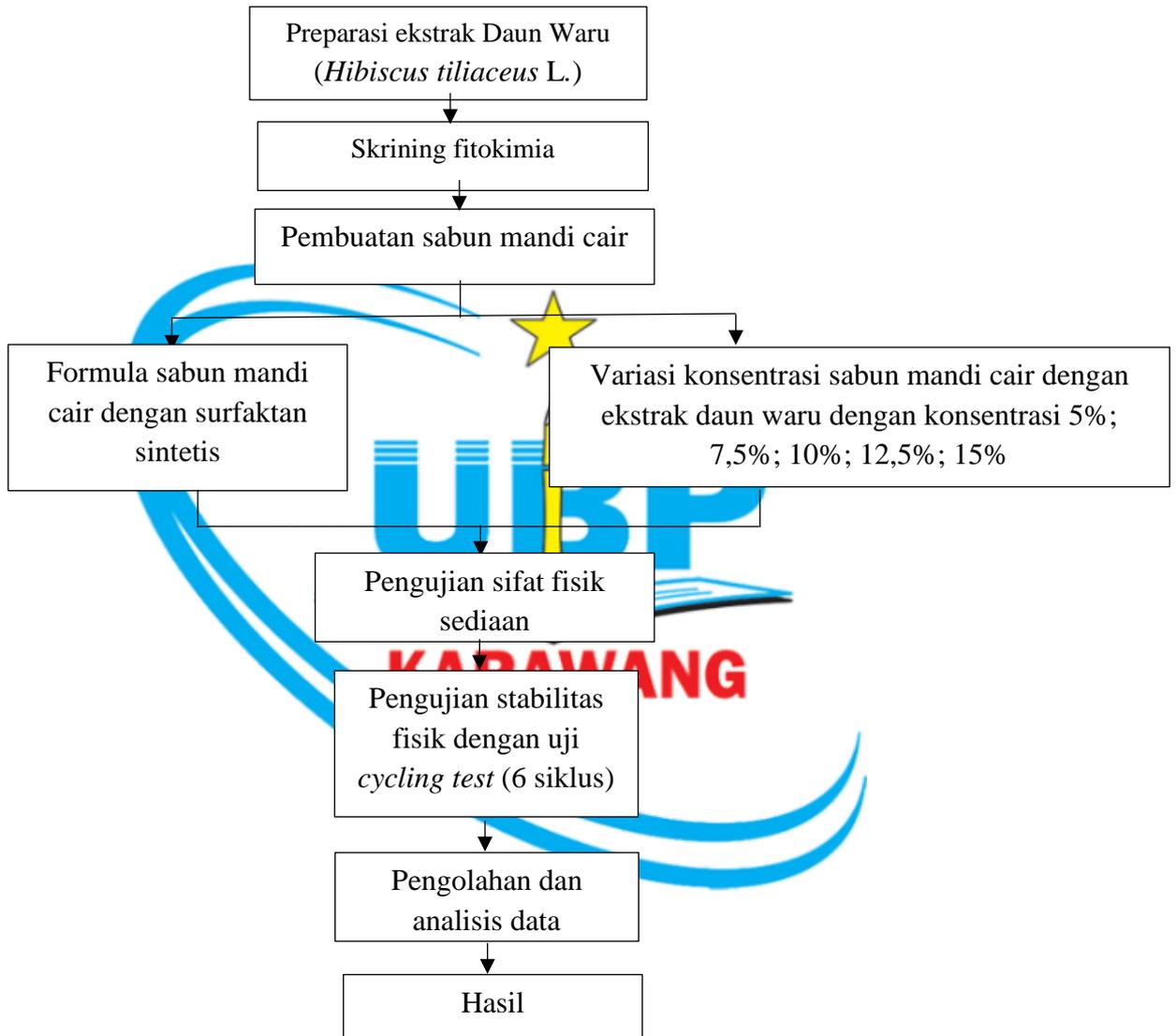
Uji *cycling test* ini merupakan pengujian yang dipercepat dengan menyimpan sediaan pada suhu 4-8 °C selama 24 jam, lalu dipindahkan kedalam oven yang bersuhu 40 °C selama 24 jam. Percobaan ini adalah satu siklus. Percobaan diulangi sebanyak 6 siklus dan dilakukan pengamatan dengan evaluasi sediaan pada setiap siklus (Mardikasari *et al.*, 2017).

3.10 Analisis Data

Pengujian sifat fisik sediaan sabun mandi cair dianalisis menggunakan statistik SPSS. Analisis yang dilakukan adalah uji normalitas (*Klomogrov smirnov*) dan uji homogenitas (uji *Levene*). Kemudian untuk membandingkan nilai rata-rata dari dua sampel tersebut memiliki perbedaan atau tidak dilakukan uji T dengan uji *Paired Sampel Test*

3.11 Diagram Alir Penelitian

Berdasarkan gagasan penelitian yang ada, maka diagram alir dari penelitian yang akan dilakukan adalah sebagai berikut:



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian