

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Jenis dan Rancangan Penelitian

Rancangan penelitian menggunakan metode kuasi eksperimental dengan Rancangan Acak Lengkap (RAL) dimana pengujian dilakukan berdasarkan variasi perlakuan berupa variasi formula sediaan sabun cair meliputi Kontrol –; Kontrol +, variasi ekstrak air daun bidara arab dengan konsentrasi 2% b/v; 2,5% b/v; 3% b/v; 3,5% b/v dan 4% b/v. Pengujian sabun cair dilakukan secara organoleptik, uji homogenitas, uji pH, uji stabilitas busa, uji tinggi busa, uji bobot jenis, uji viskositas, dan uji *cycling* .

3.2 Bahan dan Alat

3.3.1 Bahan Penelitian

Ekstrak daun bidara arab (*Zizipus spina-christi* L) yang berasal dari Balai Penelitian Tanaman Obat dan Aromatik (BALITRO), Kota Bogor, akuades (Bratacho), asam stearat (Brataco), cocamid DEA (Diethanolamine), kalium hidroksida (Brataco), VCO (Berorganik), NaCl (Brataco) , Na – CMC (Bratacho), natrium benzoat (Brataco), Sodium Lauryl Sulfat (SLS)(Brataco), parfum, vitamin E.

3.3.2 Alat penelitian

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

3.3 Variabel Penelitian

3.4.1 Variabel Bebas

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah tujuh variasi sediaan sabun cair: Kontrol –; Kontrol +; variasi ekstrak air daun bidara arab dengan konsentrasi 2% b/v, 2,5% b/v, 3% b/v, 3,5% b/v dan 4% b/v.

3.4.2 Variabel Terikat

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

3.4.3 Definisi Operasional Variabel

Tabel 3. 1 Definisi Operasional Variabel

No	Variabel	Definisi	Alat Ukur	Skala	Hasil Ukur
Variabel Bebas					
1.	Variasi Sediaan sabun cair	Tujuh variasi sediaan sabun cair: Kontrol –; Kontrol +; variasi ekstrak air daun bidara arab dengan konsentrasi 2 b/v, 2,5% b/v, 3% b/v, 3,5% b/v dan 4% b/v	Uji organoleptik, uji homogenitas, uji pH, uji stabilitas tinggi busa, uji bobot jenis, uji viskositas, uji <i>cycling</i> .	Nominal	K- K+ A2% A2,5% A3% A3,5% A4%
Variabel Terikat					
2.	Bau	Pengujian fisik sediaan sabun cair menggunakan indera penciuman	Organoleptik	Nominal	1. Tidak Berbau 2. Bau Khas Daun Bidara Arab
3.	Warna	Pengujian fisik sediaan sabun cair menggunakan indera penglihatan	Organoleptik	Nominal	1. Coklat Muda 2. Coklat 3. Coklat Tua
4.	Uji Homogenitas	Uji homogenitas sediaan sabun cair dilakukan dengan cara mengoles sediaan ekstrak daun bidara arab pada kaca objek, kemudian ditutup dengan kaca objek	Kaca objek	Nominal	1. Tidak Homogen 2. Homogen

		lain kemudian diamati ada atau tidaknya butiran pada sediaan.				
5.	Uji Ph	Nilai pH pada formula sediaan sabun cair dengan variasi konsentrasi.	pH meter	Rasio	Angka dalam pH meter	
6.	Uji bobot jenis	Nilai bobot jenis sediaan sabun cair menggunakan piknometer.	Piknometer	Rasio	g/MI	
7.	Viskositas	Uji viskositas sediaan sabun cair dengan menggunakan alat Viskometer Lamy Rheology and Plate. Viskositas dibaca pada setiap putaran per menit.	Viskometer Rheology	Lamy	Rasio	cP
8.	Uji tinggi dan stabilitas busa	Uji kemampuan membentuk busa sediaan sabun cair dihitung dengan mengukur tinggi busa dan stabilitas busa.	Penggaris dan stopwatch		Nominal	Mm

3.4 Prosedur Penelitian

3.5.1 Tahap Persiapan Bahan Baku

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah ekstrak air daun bidara arab (*Zizhipus spina-christi* L.) yang didapatkan dari Balai besar dan pengembangan tanaman obat dan obat tradisional Kab. Karang anyar, Jawa Tengah yang dilengkapi dengan surat determinasi.

3.5.2 Skrining Fitokimia

Uji skrining fitokimia yang dilakukan meliputi uji alkaloid, flavonoid, fenol, saponin, tanin serta uji triterpenoid dan steroid. Uji skriing fitokimia dilakukan berdasarkan dari Nugrahani *et al* (2016) meliputi:

1. Uji Alkaloid

Sebanyak 0,1 gr sampel dilarutkan dalam 10 ml CHCl_3 (kloroform) dan 4 tetes NH_4OH kemudian disaring dan filtratnya dimasukkan kedalam tabung reaksi tertutup. Ekstrak CHCl_3 dalam tabung reaksi kemudian dikocok dengan ditambah 10 tetes H_2SO_4 , sampai terbentuk 2 lapisan. Lapisan asam yang berada di atas dipisahkan ke dalam tabung reaksi yang lain dan ditambahkan preaksi meyer yang menghasilkan endapan warna putih sedangkan penambahan pereaksi dragendorff yang akan menimbulkan endapan warna merah jingga.

2. Uji flavonoid

Sebanyak 0,1 ekstrak dimasukkan kedalam gelas piala kemudian kemudian ditambahkan 10 ml aquades dipanaskan sampai mendidih selama 5 menit. Setelah itu, disaring dan filtratnya digunakan sebagai larutan uji. Filtrat dimasukkan ke dalam tabung reaksi lalu ditambahkan pita Mg, 1 ml HCl pekat dan 1 ml amilalkohol kemudian dikocok dengan kuat. Uji positif flavonoid ditandai dengan terbentuknya warna merah, kuning atau jingga pada lapisan amilalkohol.

3. Uji Fenol

Ekstrak diambil sebanyak 1 ml kemudian ditambahkan 2 tetes larutan FeCl_3 5%. Reaksi positif ditunjukkan dengan terbentuknya warna hijau atau hijau kebiruan.

4. Uji Tanin

Sebanyak 0,1 gr ekstrak ditambahkan dengan 10 mL air panas, dididihkan selama 5 menit dan disaring. Sebagian filtrat yang diperoleh ditambahkan dengan larutan FeCl_3 1%. Hasil positif ditunjukkan oleh terbentuknya warna hijau kehitaman.

5. Uji Triterpenoid dan Steroid

Sebanyak 0,1 gr sampel dilarutkan dengan metanol kemudian di uapkan diatas waterbath. Filtrat digerus kemudian dilarutkan dengan 2 mL kloroform dalam tabung reaksi, lalu ditambah dengan anhidra asetat sebanyak 10 tetes, selanjutnya

larutan ditetesi dengan H_2SO_4 pekat ± 3 tetes melalui dinding tabung reaksi. Jika hasil yang diperoleh berupa cincin kecoklatan atau violet pada perbatasan dua pelarut menunjukkan adanya triterpen, sedangkan munculnya warna hijau menunjukkan adanya steroid.

6. Uji Saponin

Skrining fitokimia dari senyawa saponin dilakukan berdasarkan dari Fahrunnida & Pratiwi (2015) meliputi uji busa dan uji warna yaitu:

a. Uji Busa

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.

b. Uji Warna

Sampel sebanyak 0,5 gram ditambahkan 10 mL kloroform pada tabung reaksi, lalu dipanaskan selama 5 menit dengan penangas air sambil dikocok. Ditambahkan pereaksi Liebermann Burchard (asam asetat anhidrat dan asam sulfat pekat). Sampel yang terindikasi mengandung senyawa golongan saponin golongan steroid akan berubah warna menjadi hijau kebiruan. Sedangkan sampel yang terindikasi mengandung senyawa saponin golongan triterpenoid akan berubah membentuk cincin coklat atau violet.

3.5.3 Formulasi Sediaan Sabun Mandi Cair Ekstrak Daun Bidara Arab

Formulasi sediaan sabun mandi cair pada penelitian ini mengacu pada formulasi yang telah dilakukan oleh Mursal *et al* (2021). Formula yang dibuat terdiri dari 7 sediaan dengan F0 sebagai blanko tanpa ekstrak dan SLS, F1s sebagai kontrol + dengan menggunakan SLS sebagai pembanding, dan 5 variasi konsentrasi ekstrak yaitu 2%, 2,5%, 3%, 3,5%, dan 4%. Berikut ini adalah rancangan formula sabun mandi cair.

Tabel 3. 2 Rancangan Formula Sabun Mandi Cair(Modifikasi: Mursal *et al.*, 2021)

Nama Bahan	Konsentrasi Formulasi (%b/v)						
	Fsls	F0	F ₁	F _{1,5}	F ₂	F _{2,5}	F ₃
Ekstrak air daun bidara arab	-	-	2	2,5	3	3,5	4
VCO	20	20	20	20	20	20	20
KOH	4	4	4	4	4	4	4
Na CMC	3	3	3	3	3	3	3
SLS	1	-	-	-	-	-	-
Cocomid DEA	2	2	2	2	2	2	2
Asam Stearat	2	2	2	2	2	2	2
Na Benzoat	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
NaCl	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Vitamin E	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
Parfum	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.	q.s.
Aquadest	Ad 100	Ad 100	Ad 100	Ad 100	Ad 100	Ad 100	Ad 100

Keterangan :

- Fsls : sabun mandi cair dengan SLS
 F0 : sabun mandi cair tanpa SLS dan ekstrak
 F₁ : sabun mandi cair dengan konsentrasi ekstrak sebesar 2 %
 F₂ : sabun mandi cair dengan konsentrasi ekstrak sebesar 2,5 %
 F₃ : sabun mandi cair dengan konsentrasi ekstrak sebesar 3 %
 F₄ : sabun mandi cair dengan konsentrasi ekstrak sebesar 3,5 %
 F₅ : sabun mandi cair dengan konsentrasi ekstrak sebesar 4 %

3.5.4 Pembuatan Sediaan Sabun Mandi Cair

Proses pembuatan sabun mengacu pada prosedur pembuatan sabun cair yang dilakukan oleh Mursal *et al* (2021) yaitu sebagai berikut:

1. Pembuatan Sabun Mandi Cair dengan Sodium Lauril 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 aquades 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 apel 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 Air Daun Bidara Arab

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 ekstrak daun bidara arab 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. Ditambahkan ekstrak air daun bidara arab aduk ad homogen. Campuran sabun ditambahkan aquades hingga 100 g, aduk hingga homogen. Ditambahkan pengaroma apel 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 Bidara Arab

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 aquades sedikit demi sedikit hingga homogen lalu pindahkan kedalam gelas kimia (campuran 2).

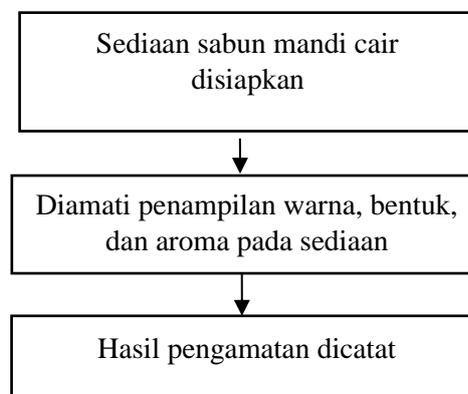
Dimasukkan campuran 1 kedalam campuran 2 aduk hingga homogen. Suhu diturunkan, Ditambahkan cocamid DEA aduk hingga homogen. Ditambahkan Na benzoat yang telah dihaluskan aduk hingga homogen. Ditambahkan vitamin E aduk hingga homogen. Campuran sabun ditambahkan aquades hingga 100 g, aduk hingga homogen. Ditambahkan pengaroma apel secukupnya aduk hingga homogen. Sediaan sabun mandi cair yang sudah homogen dimasukkan kedalam wadah bersih yang telah disiapkan.

3.5.5 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.

1. Uji Organoleptik

Uji organoleptik dilakukan untuk melihat 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.



Gambar 3. 1 Skema Uji Organoleptik

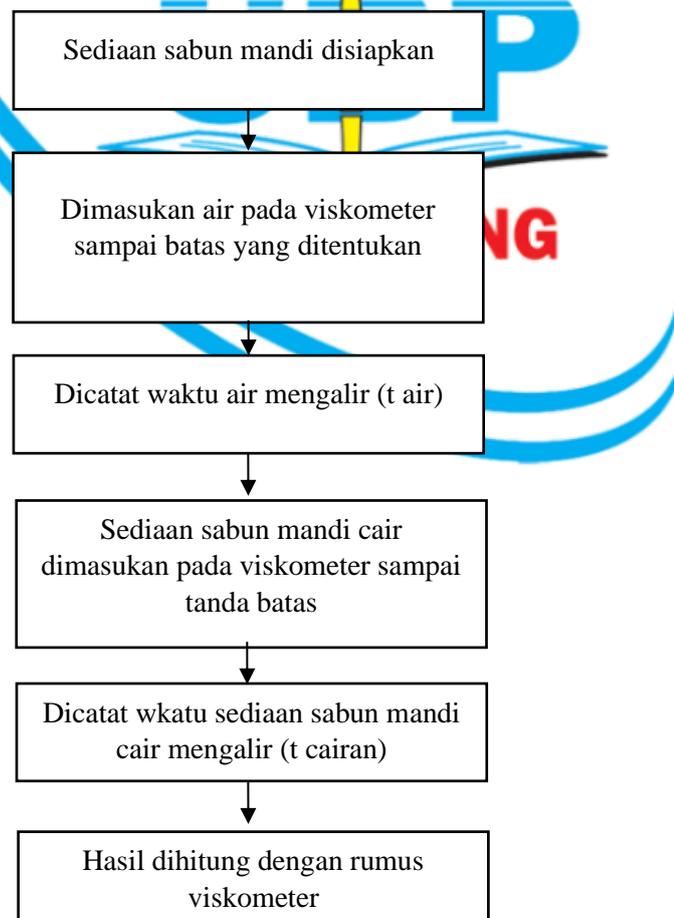
Sabun mandi cair yang sudah dibuat sebelumnya, dilakukan pengamatan berupa warna, bentuk dan aroma yang pada sediaan seperti pada **Gambar 3.1**.

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. 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 10000 – 65000 Cp (Cahyaningsih *et al.*, 2019).



Gambar 3. 2 Skema Uji Viskositas

Sediaan sabun yang sudah dibuat sebelumnya dimasukkan ke dalam air pada viskometer hingga batas yang ditentukan, dicatat waktu saat air mengalir dan selanjutnya dimasukkan ke dalam alay viskometer hingga batas. Pada layar monitor dicatat waktu sediaan sabun mandi cair mengalir dan selanjutnya dihitung viskositas sediaan seperti pada **Gambar 3.2**.

4. 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 bidara arab 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:

$$\rho_{\text{air}} = \frac{W_1 - W_0}{V_{\text{air}}} \dots\dots 3.1$$

$$\rho_{\text{uji}} = \frac{W_2 - W_0}{V_{\text{air}}}$$

Keterangan:

P air : Bobot jenis air

P uji : Bobot jenis zat uji

W0 : Berat piknometer kosong

W1 : Berat piknometer + air

W2 : Berat piknometer + zat uji

5. 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).



Gambar 3.3 Skema Uji pH

Sabun mandi yang sudah dibuat sebelumnya dilakukan pengukuran pH dengan cara sediaan dicelupkan kedalam pH meter dan akan muncul nilai pH pada alat tersebut. Catat nilai pH yang muncul seperti pada **Gambar 3.3**.

6. Uji Tinggi dan Stabilitas Busa

Uji tinggi dan stabilitas busa dilakukan dengan melarutkan sampel ke dalam air pada gelas ukur. Banyaknya sampel dan air yang digunakan dicatat. Gelas ukur digoyangkan secara manual menggunakan tangan hingga 10 kali. Kemampuan membentuk busa dihitung dengan mengukur tinggi busa dan stabilitas busa diukur dengan menghitung waktu busa mulai hilang. Berdasarkan SNI 16-4085-1996 sabun yang baik memiliki tinggi busa 1,3 – 22 cm (Adibowo *et.al.*, 2020).

Rumus uji stabilitas busa:

$$\% \text{ Stabilitas busa} = \frac{H}{H_0} \times 100\% \dots\dots\dots 3.2$$

Keterangan

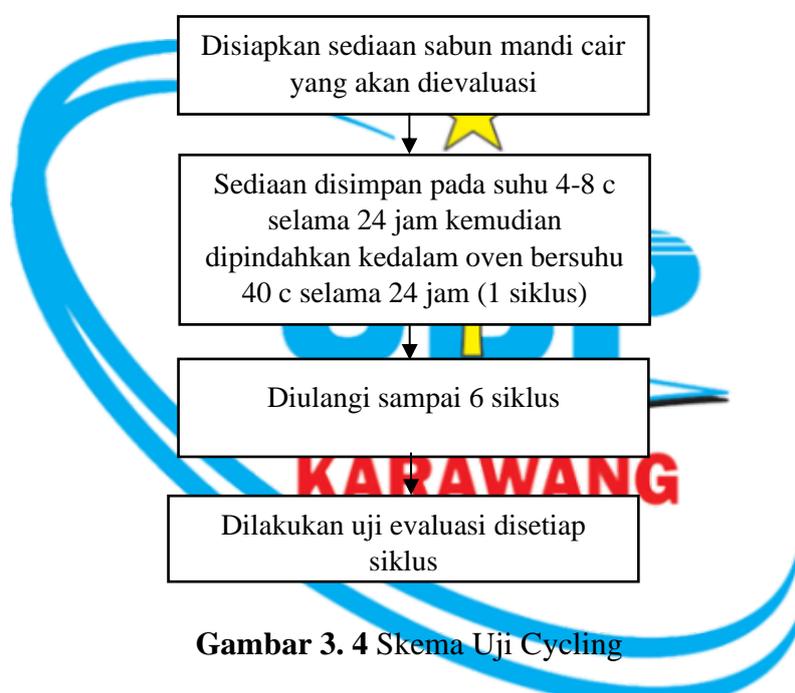
H : tinggi busa setelah 5 menit (cm)

H₀ : tinggi busa awal (cm)

35.6 Uji Stabilitas

1. Uji *Cycling*

Cycling test merupakan pengujian yang dipercepat dengan menyimpan sediaan pada suhu dingin (4-8°C) selama 24 jam lalu dipindahkan kedalam oven yang bersuhu 40°C selama 24 jam. Perlakuan ini adalah satu siklus. Percobaan ini diulang sebanyak enam siklus dan di evaluasi sediaan pada setiap siklus (Suryani *et al.*, 2017).



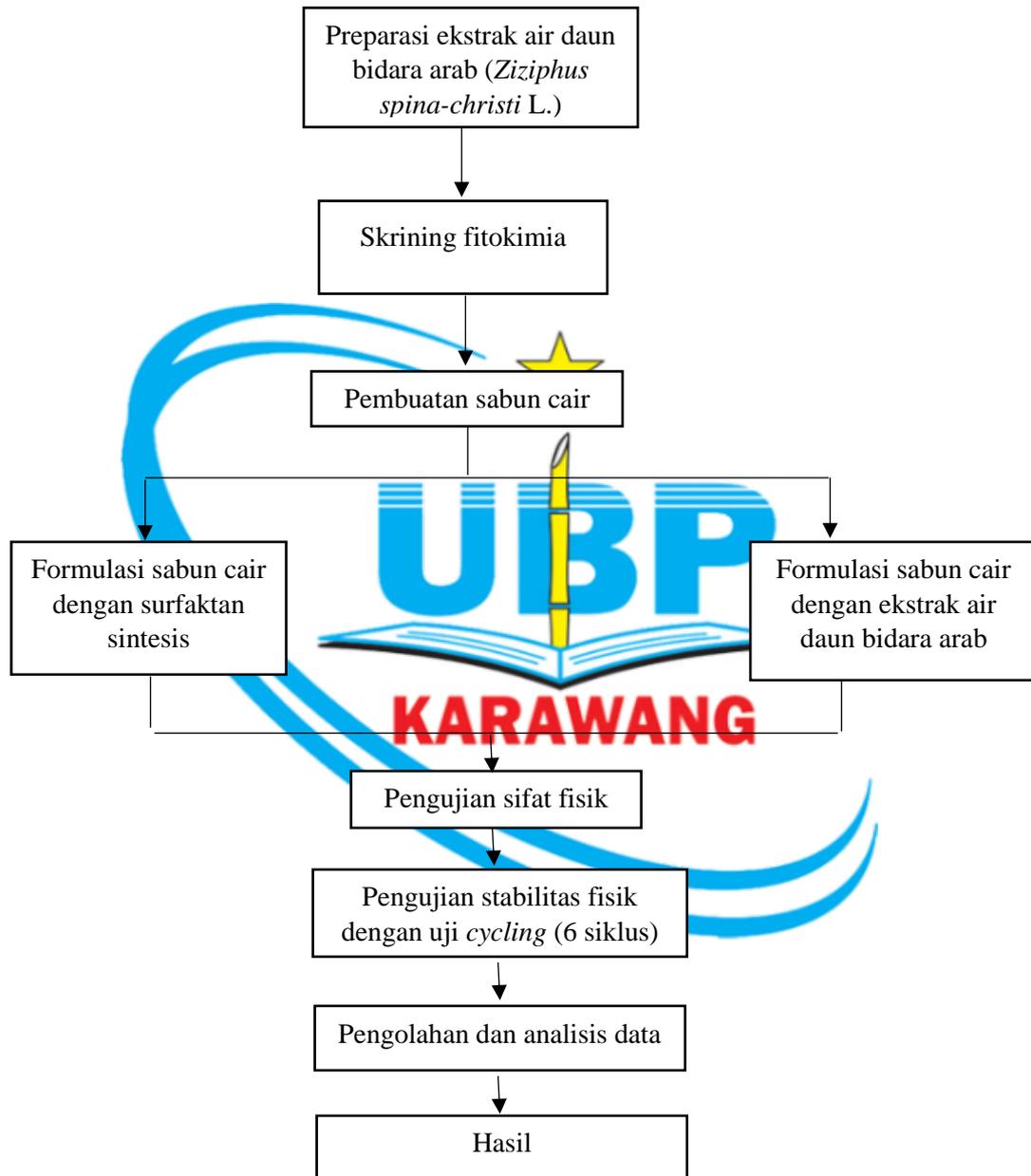
Gambar 3. 4 Skema Uji *Cycling*

Sabun cair yang sudah dibuat sebelumnya dilakukan uji cycling. Sampel disimpan pada suhu 4-8 °C selama 24 jam lalu keluarkan dan tempatkan pada suhu 40 °C di dalam oven selama 24 jam pengujian ini disebut dengan siklus 1. Percobaan diulang sebanyak 6 siklus. Kondisikan sediaan dibandingkan sebelu dan sesudah uji tersebut seperti pada **Gambar 3.4**.

35.7 Analisis Data

Data fisik sediaan sabun cair, meliputi uji bobot jenis, uji viskositas dan uji tinggi busa, dan uji test cycling kemudian diuji statistik menggunakan uji ANOVA satu arah (*one way ANOVA*), apabila ada beda nyata dilanjutkan dengan uji Duncan

pada taraf kepercayaan 95%. Data yang telah diolah kemudian ditampilkan dalam bentuk tabel dan grafik.



Gambar 3.5. Skema Analisis Data