

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

A. Rancangan Penelitian

Penelitian ini menggunakan metode penelitian secara eksperimental yaitu suatu penelitian dengan melakukan kegiatan membuat dan mengevaluasi sediaan sabun transparan padat ekstrak daun bidara (*Ziziphus mauritiana Lamk.*) dengan pelarut aquades di lakukan di laboratorium STIKes Muhammadiyah Ciamis.

Pada penelitian ini ekstrak daun bidara diperoleh menggunakan metode maserasi dengan aquades sebagai pelarut. Akuades merupakan pelarut yang jauh lebih baik dibandingkan hampir semua cairan yang umum dijumpai. Senyawa yang segera melarut di dalam akuades mencakup berbagai senyawa organik netral yang mempunyai gugus fungsional polar seperti gula, alkohol, aldehida, dan keton. Kelarutannya disebabkan oleh kecenderungan molekul akuades untuk membentuk ikatan hidrogen dengan gugus hidroksil gula dan alkohol atau gugus karbonil aldehida dan keton. Sediaan sabun diformulasikan dengan fase minyak. Penelitian ini bertujuan untuk membuat sediaan sabun dari ekstrak daun bidara yang memenuhi evaluasi sabun dan mengetahui konsentrasi terbaik dari ekstrak daun bidara yang dibutuhkan untuk membuat sediaan sabun. Formulasi sediaan sabun transparan ekstrak daun bidar dilakukan dengan standardisasi yang dilakukan meliputi: uji organoleptik, yaitu dengan melihat secara fisik oleh panca indra mulai dari bentuk, warna, dan bau. Uji homogenitas yaitu untuk mengetahui apakah sediaan sabun sudah tercampur secara homogen sehingga tidak ada partikel-partikel yang menggumpal. Pengukuran pH yaitu untuk menyesuaikan kadar pH dari sediaan dengan kadar pH kulit. Uji daya busa yaitu untuk mengetahui daya busa pada sabun pada kulit. Uji kadar air sabun mandi padat ekstrak aquades daun bidara (*Ziziphus mauritiana Lamk.*) adalah perhitungan persen kadar air yang terdapat pada sediaan sabun transparan yang dibuat. Uji kadar asam lemak bebas sabun mandi padat ekstrak daun bidara (*Ziziphus mauritiana Lamk.*) adalah perhitungan persen kadar asam lemak bebas yang terdapat pada sediaan sabun mandi yang dibuat. Uji kadar alkali sabun mandi

padat ekstrak aquades daun bidara (*Ziziphus mauritiana Lamk.*) adalah perhitungan persen kadar alkali bebas yang terdapat pada sediaan sabun transparan yang dibuat.

B. Variabel Dan Definisi Operasional

Tabel 3.1 Variabel dan Definisi Oprasional

Variable	Definisi konseptual	Definisi operasional	Alat ukur	Cara ukur	Hasil ukur	Skala variable
Variable Bebas	Formulasi sabun transparan berbasis minyak kelapa ekstrak aquades daun bidara adalah proses pencampuran ekstrak daun bidara (<i>Ziziphus mauritiana Lamk.</i>) dengan bahan tambahan lain untuk menghasilkan sediaan sabun mandi padat.	Sediaan sabun transparan zat aktif daun bidara (<i>Ziziphus mauritiana Lamk.</i>)	Timbangan analitik	Menimbang bahan	Menit	Nominal
Variable terikat	Ekstrak etanol daun bidara (<i>Ziziphus mauritiana Lamk.</i>) adalah ekstrak kental daun bidara yang diperoleh dengan cara maserasi menggunakan pelarut aquades dan dipekatkan menggunakan rotary evaporator.	Sediaan kental hasil ekstrak dan maserasi daun bidara menggunakan pelarut Aquades	Timbangan analitik	Menimbang ekstrak	Gram	Nominal
	Evaluasi adalah serangkaian parameter, prosedur dan mutu kefarmasian	Uji organoleptis Uji homogenitas	Panca indra Kertas perkamen	Pengamatan sabun berdasarkan warna, tekstur, dan bau Di lihat dari bentuk sediaan sabun transparan hari Di celupkan	Hari	Rasio

Uji pH	Ph meter/	pada sediaan		
Uji kadar air	Oven	Di masukan ke dalam alat pada suhu u 105 °C selama 2 jam.	jam	Rasio
Uji daya busa	Gelas ukur	Berdasarkan tinggi busa sabun	Menit	Rasio
Uji kadar asam lemak bebas	Buret	Dengan cara di titrasi dengan larutan KOH 0,1 N	Menit	Rasio
Uji alkali bebas	Buret	Dengan cara di titrasi dengan menggunakan HCl 0,1 N	Menit	Rasio

C. Alat dan Bahan

1. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini ialah: Natrium hidroksida (NaOH), Aquadest, Minyak kelapa Murni (VCO), Aloe Vera, Cocamide DEA, Oleum rosea, Asam Sterat.

2. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini ialah: Bejana maserasi (benjana kaca), Rotary evaporator, Waterbath, Timbangan digital, Labu ukur 100 ml, Beaker glass, Gelas ukur, Blender, cawan porselin, hot plate, Pipet volume, hand blender, kertas universal pH, buret, oven, thermometer, kertas saring, Alat cetak sabun, Batang pengaduk, tabung reaksi, penjepit cawan, statif dan klem.

D. Prosedur penelitian

1. Determinasi Tanaman

Tujuan dari determinasi adalah untuk menetapkan kebenaran sampel yang digunakan dalam penelitian dengan cara mencocokkan ciri-ciri morfologi yang ada pada tanaman daun bidara. Determinasi daun bidara dilakukan di Laboratorium Universitas Galuh Ciamis.

2. Pengumpulan Sampel

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini yaitu daun Bidara (*Ziziphus mauritiana Lamk.*) yang didapat dari Desa Sukajadi Kabupaten Ciamis.

3. Proses Pembuatan Simplisia

a. Sortasi Basah

Sortasi basah dilakukan untuk memisahkan debu atau kotoran pada daun bidara untuk melakukan penyortiran dengan tujuan untuk memisahkan bagian daun yang rusak dan daun yang baik.

b. Pencucian

Pencucian dilakukan untuk menghilangkan kotoran yang menempel pada daun bidara. Masing-masing dicuci dengan yang air mengalir sampai basah. Lakukan penimbangan untuk mengetahui bobot awal.

c. Pengeringan

Daun bidara kemudian dijemur didalam ruang yang tidak terkena cahaya matahari langsung.

d. Sortasi Kering

Sortasi kering bertujuan untuk memisahkan benda-benda asing atau bagian dari simplisia yang terlalu kering. Proses ini merupakan tahapan terakhir dari pembuatan simplisia kering. Lakukan penimbangan kembali untuk mengetahui bobot akhir simplisia.

4. Pembuatan Ekstrak

Pembuatan ekstrak daun bidara dilakukan di Laboratorium Farmakognosi Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Muhammadiyah Ciamis dengan metode maserasi. Daun bidara dijemur kemudian dirajang lalu diekstraksi dengan cara maserasi selama 3x24 jam menggunakan pelarut aquades

Cara ekstraksi : Siapkan alat untuk maserasi, simplisia kering digiling menggunakan blender sehingga diperoleh serbuk daun bidara, kemudian ditimbang, masukan kedalam beaker gelas. Tambahkan pelarut aquades sebanyak 1,5 liter Maserasi dilakukan 3 kali pengulangan selama 3 hari sambil diaduk, kemudian disaring untuk mendapatkan maserat. Maserat diuapkan menggunakan *waterbath* untuk mendapatkan ekstrak kental (Sareng, 2018)

5. Identifikasi flavonoid

Dimasukkan 0,1 gram ekstrak ke dalam tabung reaksi lalu ditambahkan 1 ml aquades. Ekstrak kemudian ditambahkan serbuk Zn dan HCl P. Ekstrak mengandung flavonoid jika terbentuk warna oranye, merah atau kuning (Putra, 2016)

6. Formulasi sabun transparan

Tabel 3. 2 Formulasi Sabun Mandi

Komponen	Formulasi				
	F I	F II	F III	F (-)	F (+)
Ekstrak daun bidara	20%	30%	40%	-	
VCO	10%	7,5%	5%	-	
Aloe Vera	10,40%	10,40%	10,40%	10,40%	
Asam Sterat	16%	16%	16%	16%	
NaOH	12.92 %	12,92 %	12,92%	12,92%	Produk B
Cocamide DEA	3%	3%	3%	3%	
Oleum rosea	10 tetes	10 tetes	10 tetes	10 tetes	
Aquades ad	100 ml	100 ml	100 ml	100 ml	

Keterangan :

Formulasi + : produk sabun bidara + VCO

Formulasi - : Formula sabun dengan 0 % ekstrak daun biadara

Formulasi I : Formula sabun dengan 20 % ekstrak daun bidara

Formulasi II : Formula sabun dengan 30 % ekstrak daun bidara

Formulasi III : Formula sabun dengan 40 % ekstrak daun bidara

7. Cara pembuatan sabun transparan

- a. Disiapkan alat dan bahan yang diperlukan.
- b. Disiapkan sejumlah aquades dalam suatu wadah, kemudian dimasukkan NaOH ke dalam aquades lalu diaduk hingga larut.
- c. Melelehkan asam sterat di atas penangas air setelah cair
- d. Dicampurkan minyak kelapa murni (VCO), Lidah Buaya (*Aloe Vera*) (Formulasi I, II, III) di dalam suatu wadah lalu diaduk hingga bercampur homogen menggunakan *hand mixer* lalu ditambahkan, Cocamide DEA, oleum rosae dan ekstrak daun bidara diaduk hingga homogen. Minyak kelapa murni (VCO), dan Lidah Buaya (*Aloe Vera*) kontrol (-) di dalam suatu wadah lalu diaduk hingga bercampur homogen menggunakan *hand mixer* lalu ditambahkan, DEA, oleum rosae aduk hingga homogen.

- e. Ditambahkan larutan NaOH, diaduk hingga homogen dan terbentuk trace, yakni keadaan dimana masa sabun mulai mengental
- f. Ditimbang bobot adonan lalu dimasukkan kedalam cetakan dan dibiarkan selama 24 jam hingga mengeras.
- g. Ditimbang kembali sabun yang sudah memadat, kemudian dilakukan pengujian uji organoleptis, uji homogenitas, uji kadar air, uji daya busa, uji pH, uji kadar asam lemak dan uji kadar alkali.

8. Evaluasi sabun

a. Uji organoleptis

Pengujian organoleptis pada sabun transparan cara mengamati secara visual sabun transparan yang telah dibuat meliputi bentuk, warna dan aroma sediaan Sabun transparan memenuhi syarat organoleptis bila berbentuk padat, warna dan beraroma (Nurbaiti, 2018).

b. Uji homogenitas

Pengujian dilakukan dengan melihat homogenitas sediaan sabun transparan yang dibuat. Sabun transparan ekstrak daun bidara memenuhi syarat homogenitas apabila tidak terdapat bagian yang menggumpal atau tidak tercampur, penyebaran warna yang merata serta tidak terdapat bintik-bintik kasar pada permukaan dan bagian dalam sabun (Sukeksi *et al.*, 2018).

c. Uji kadar air

Penetapan kadar air dari sabun, dilakukan dengan metode gravimetri. Ditimbang 4 g sabun yang telah disiapkan menggunakan botol timbang yang telah ditimbang. Dipanaskan dalam oven pada suhu 105° C selama 2 jam dan didinginkan sampai berat tetap (Sukawaty *et al.*, 2016).

d. Uji daya busa

Ditimbang sampel seberat 5 g dilarutkan kedalam 5 ml akuadest, larutan dimasukkan kedalam tabung reaksi, dan dilakukan pengocokan selama 2 menit. Busa yang terbentuk diamati dan dicatat tinggi busa tersebut (*Formatting Citation*) menurut SNI, syarat tinggi busa yaitu berkisar 13- 220 mm (Nurbaiti, 2018)

e. Uji pH

Sejumlah sabun dilarutkan dalam air sampai larut. pH diukur pada masing-masing formula sabun ekstrak etanol daun bidara dengan menggunakan pH meter. Pengamatan dilakukan untuk mengetahui perubahan nilai pH sabun transparan, Kadar pH yang diizinkan pada sediaan sabun mandi adalah 9-11 (Sareng, 2018).

f. Uji kadar asam lemak bebas

Disiapkan alkohol netral dengan cara mendidihkan 100 mL alcohol dalam labu erlenmeyer 250 mL. Ditambahkan 0,5 mL indikator PP dan didinginkan sampai suhu 70° C kemudian dinetralkan dengan KOH 0,1 N dalam alkohol. Ditimbang 5 g sabun dan dimasukkan ke dalam alkohol netral di atas, dan dipanaskan agar cepat larut di atas penangas air, dididihkan selama 30 menit. Apabila larutan tidak berwarna merah, didinginkan sampai suhu 70 °C dan titrasi dengan larutan KOH 0,1 N dalam alkohol, sampai timbul warna yang tetap selama 15 detik. Kadar asam lemak bebas dihitung menggunakan rumus.

$$\% \text{ Kadar asam lemak bebas} = \frac{V \times N \times 0,05}{w} \times 100 \%$$

Keterangan :

V = volume KOH (ml)

N = normalitas KOH yang digunakan

W = berat contoh (g)

205 = berat setara asam laurat

Kadar asam lemak bebas yang diperbolehkan dalam sediaan sabun transparan adalah < 2,5 % (BSN, 1994).

g. Uji alkali bebas

Disiapkan alkohol netral dengan mendidihkan 100 mL alcohol dalam labu erlenmeyer 250 mL. Ditambahkan 0,5 mL indikator PP dan didinginkan sampai suhu 70 °C kemudian dinetralkan dengan KOH 0,1 N dalam alkohol. Ditimbang 5 g sabun dan dimasukkan ke dalam alkohol netral di atas, dan dipanaskan agar cepat larut di atas penangas air, dididihkan selama 30 menit. Apabila larutan tersebut di atas ternyata berwarna merah maka diperiksa kadar alkali bebas

dengan dititrasi menggunakan HCl 0,1 N dalam alkohol dari buret, sampai warna merah cepat hilang. Kadar alkali bebas dihitung menggunakan rumus :

$$\% \text{ Kadar alkali bebas} = \frac{V \times N \times 0,04}{W} \times 100 \%$$

Keterangan

V = ml HCl yang dipergunakan

N = normalitas HCl

W = gram

Kadar alkali bebas yang diperbolehkan dalam sabun adalah < 0,1 % (BSN, 1994).

E. Analisis Data

1. Pengolahan data

Tabel 3. 3 Tabel Evaluasi Fisik Sabun

Parameter	Kontrol (-)	Formulasi I	Formulasi II	Formulasi III
Organoleptic				
1. Bau				
2. Bentuk				
3. Warna				
Homogenitas				
Ph				
Daya busa				
Kadar air				
Kadar asam lemak bebas				
Kadar alkali bebas				

2. Analisis data

Hasil analisis dari penelitian yang akan dilakukan ini menjadi 2 bagian :

a. Analisis Data Kualitatif

Analisis kualitatif untuk mengetahui kualitas sediaan sabun yang baik yang meliputi uji organoleptis, uji homogenitas dilakukan secara visual dengan mengamati sediaan secara langsung.

b. Analisis Data kuantitatif

Analisis kuantitatif untuk mengetahui Kuantitas sediaan sabun mana yang paling baik yang meliputi uji pH, uji kadar air, uji daya busa, uji kadar asam lemak bebas, uji alkali bebas menggunakan metode *One Way ANOVA*. Pengolahan data untuk uji kualitas Sabun mandi transparan daun bidara

(*Ziziphus mauritiana Lamk.*) dan apabila memiliki distribusi tidak normal dilakukan Uji *Kruskal-Wallis* akan dianalisis secara statistik dengan SPSS.

Uji normalitas digunakan untuk mengetahui apakah populasi data berdistribusi normal atau tidak. Data yang memiliki distribusi normal merupakan salah satu syarat dilakukan uji parametrik. Data dinyatakan normal jika signifikansi lebih besar dari 0,05. Jika uji *One-Way ANOVA* tidak dapat dilakukan karena tidak memenuhi persyaratan parametrik, maka dilakukan transformasi data dan dilanjutkan pada uji lanjut (*post hock*) dengan metode *Turkeys* jika data tidak normal maka tes yang dilakukan adalah non parametrik (Hendy Tannady, 2015)

a. Uji Non-Parametrik :

1) *Mann-Whitney U-Test*

Teknik ini digunakan untuk menguji signifikansi hipotesis komparatif dua sampel independen bila datanya berbentuk ordinal Penulis menggunakan SPSS 17 for windows dalam melakukan perhitungan. Dikatakan terdapat perbedaan secara signifikan jika signifikansi nilai kritis $< 0,05$, dan sebaliknya apabila signifikansi nilai kritis $> 0,05$. (Vania & Kuntardjo, 2013)

2) *Kruskal-Wallis*

Uji *Kruskal-Wallis* adalah uji non-parametrik yang digunakan untuk membandingkan tiga atau lebih kelompok data sampel. Uji *Kruskal-Wallis* digunakan ketika asumsi normalitas tidak terpenuhi atau nilai varians tidak sama. H_0 dalam uji *Kruskal Wallis* adalah bahwa sampel berasal dari populasi yang sama. Dikatakan terdapat perbedaan yang signifikan jika signifikansi nilai kritis $< 0,05$ (H_0 ditolak). (Vania & Kuntardjo, 2013)

b. Uji Parametrik

1) *Independent t test*

Dalam rancangan uji hipotesis digunakan uji statistik untuk menarik kesimpulan terhadap permasalahan yang diteliti, maka uji statistik yang digunakan untuk mengetahui perbedaan nilai tengah antara dua kelompok adalah uji t dua sampel (*independent sample t-Test*). Menentukan kriteria

pengujian atau keputusan H_0 ditolak jika signifikansi t hitung $< 0,05$, yang berarti terdapat perbedaan secara signifikan. (Vania & Kuntardjo, 2013)

2) Analisis Varian Satu Jalan *One Way ANOVA*

Analisis of variance atau ANOVA merupakan salah satu teknik analisis multivariate yang berfungsi untuk membedakan rerata lebih dari dua kelompok data dengan cara membandingkan variansinya *One way ANOVA* dilakukan untuk menguji perbedaan tiga kelompok atau lebih berdasarkan satu variabel independen (Vania & Kuntardjo, 2013)

Menurut Ghazali (2006), *Analisis of Variance* merupakan metode untuk menguji hubungan antara satu variabel (skala metrik) dengan satu atau lebih variabel (skala nonmetrik atau kategorikal dengan kategori lebih dari dua). Hubungan antara satu variabel dependen dengan satu variabel *independent one way ANOVA*. ANOVA digunakan untuk mengetahui pengaruh utama (*main effect*) dan pengaruh interaksi (*interaction effect*) dari variabel independen kategorikal terhadap variabel dependen metrik. Sedangkan menurut Ghazali (2006), pengaruh interaksi adalah pengaruh bersama atau *joint effect* dua atau lebih variabel independen terhadap variabel dependen (Dastiana, 2013)

Ghazali (2006) menjelaskan beberapa asumsi yang harus dipenuhi untuk dapat menggunakan uji statistik ANOVA di dalam bukunya yang berjudul “Aplikasi Analisis Multivariate dengan Program SPSS (*Statistical Packages for the Social Sciences*) Cetakan IV”, yaitu:

a) *Homogeneity of Variance*

Jika terdapat lebih dari satu variabel independen, maka harus *homogeneity of variance* di dalam cell yang dibentuk oleh variabel independen kategorikal. SPSS memberikan test ini dengan nama *Levene's test of homogeneity of variance*. Jika nilai *Levene test* signifikan (probabilitas $< 0,05$) maka hipotesis nol akan ditolak bahwa grup memiliki variance yang berbeda dan hal ini menyalahi asumsi. Jadi, yang dikehendaki adalah tidak dapat menolak hipotesis nol atau hasil *Levene test* tidak signifikan (probabilitas $> 0,05$). Walaupun asumsi *variance* sama ini dilanggar, Box (dalam Ghazali, 2006) menyatakan bahwa ANOVA masih tetap dapat digunakan oleh karena

ANOVA *robust* (tahan) untuk penyimpangan yang kecil dan moderat dari homogeneity of variance. Perhitungan kasarnya rasio terbesar ke terkecil dari grup variance harus tiga atau kurang dari tiga (< 3)

b) Random Sampling

Untuk tujuan uji signifikansi, maka subjek di dalam setiap grup harus diambil secara random.

c) *Multivariate Normality*

Untuk uji signifikansi, maka variabel harus mengikuti distribusi normal *multivariate*. Variabel dependen terdistribusi secara normal dalam setiap kategori variabel independen. ANOVA masih tetap robust walaupun terdapat penyimpangan asumsi *multivariate normality*. SPSS memberikan uji *Boxplot Test of The Normality Assumption*. Ghazali (2006) juga menjelaskan bahwa *analysis of variance* yang digunakan untuk membandingkan nilai rata-rata tiga atau lebih sampel yang tidak berhubungan pada dasarnya adalah menggunakan F Test, yaitu *estimate between groups variance (mean-squares)* dibandingkan dengan *estimate within groups variance*

