BAB 3
METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian akan dilakukan selama 3 bulan yaitu pada bulan Januari - Maret 2025 di Laboratorium Bahan Alam dan Laboratorium Teknologi Sediaan Farmasi SI Fakultas Ilmu Kesehatan Universitas Bhamada Slawi.

3.2 Alat Dan Bahan Penelitian

3.2.1 Alat Penelitian

Neraca, gelas ukur 100ml (pyrex), pipet tetes (pyrex), gelas beaker (pyrex), kaca arloji (pyrex) , viskometer, Kertas pH meter, Piknometer, sendok tanduk, oven, toples, batang pengaduk, tabung reaksi (pyrex), blender (philip), penangas air, Erlenmeyer (pyrex), *magnetic stirrer.*

3.2.2 Bahan Penelitian

Ekstrak kulit buah manggis, ekstrak bunga telang, gliserin, natrium glukonat, pentilen glikol, asam laktat, aquadest,amonia 25%, kloroform, pereksi mayer, aseton, asam borat, asam oksalat,eter, anhidrida asetat, asam sulfat pekat, $FeCl_3$ 1%, HCL, etanol 96%, kain flannel, aluminium foil, kertas perkamen, Stik pH, metil paraben

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimental, objek yang digunakan adalah ektrak kulit buah manggis dan ekstrak bunga telang.

3.3.1 Variabel Bebas

Variabel bebas merupakan salah satu variabel yang punya pengaruh besar terhadap variabel lainnya. Variabel bebas dalam penelitian ini adalah konsentrasi variasi zat aktif

3.3.2 Variabel Terikat

Variabel terikat adalah variabel yang di pengaruhi karena adanya variabel bebas. Variabel terikat pada penelitian ini adalah Formulasi Sediaan *Micellar Water*

3.3.3 Variabel Terkontrol

Variabel terkontrol adalah variabel yang dibuat konstan, sehingga tidak akan memengaruhi variabel yang diteliti. Variabel terkontrol dalam penelitian ini adalah pembuatan ekstrak kulit buah manggis dan pembuatan ekstrak bunga telang.

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Penyiapan Sampel

Sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah kulit manggis muda sebanyak 3kg dan bunga telang biru sebanyak 3kg Kulit buah manggis diambil di daerah Kramat di pasar kemantran dan bunga telang diambil di daerah kramat.

3.4.2 Determinasi Tanaman

Sebelum dilakukan penelitian, tumbuhan dideterminasi. Determinasi tanaman dilakukan di Labolatorium bahan alam Universitas Bhamada Slawi untuk mengidentifikasi jenis dan memastikan kebenaran identitas tanaman yang digunakan.

3.4.3 Pengolahan Sampel

Kulit buah manggis dibersihkan dari kotoran, lalu potong hingga berukuran kecil. Selanjutnya kulit manggis dikeringkan dan digiling menggunakan blender agar memperkecil kembali ukuran sampel. (Mulyadi et al., 2023).

Sampel bunga telang yang diperoleh dibersihkan dari kotoran yang melekat pada bunga menggunakan air mengalir dikeringkan dibawah sinar matahari dan di oven dengan suhu 50^{o}C (Saad et al., 2018).

3.4.4 Pembuatan Ekstrak Kulit Buah Manggis dan Bunga Telang

a. Kulit Buah Manggis

Sampel kulit manggis (*Garcinia mangostana* L.) yang telah dipotong-potong, ditimbang dan dimasukkan ke dalam sebuah bejana maserasi, ditambah etanol 96% dengan perbandingan 1 bagian simplisia dan 7,5 bagian pelarut, kemudiaan ditutup, dibiarkan selama 5 hari di tempat yang sejuk dan terlindung dari cahaya sambil sesekali diaduk. Selanjutnya campuran disaring, dan ampas diekstraksi kembali hingga ter-ekstraksi sempurna. Ekstrak yang diperoleh dikumpulkan dan dipekatkan pada *rotary evaporator* dan diuapkan lewat pemanasan hingga diperoleh ekstrak kering (Kusmita et al., 2020).

b. Bunga Telang

Proses ekstraksi metode maserasi dilakukan selama 3x24 jam dimana berat simplisia kering bunga telang (Clitoria ternatea L.) sebanyak 500 gram dan etanol 96% sebanyak 1,6 liter. Dalam proses maserasi, dilakukan proses pengadukan, dimana pengadukan dilakukan dengan tujuan agar larutan menjadi lebih homogen. Kemudian disaring menggunakan kertas saring, tujuan untuk mengekstraksi kembali yaitu kandungan kimia yang mungkin masih tertinggal di dalam ampas karena pelarut pertama

telah mengering atau mengalami kejenuhan. Dalam membuat ekstrak etanol yang digunakan yaitu etanol 96% dimana etanol 96% bersifat selektif karena dapat menarik zat berkhasiat yang diperlukan, absorbsinya baik, dan dapat lebih cepat untuk memperoleh ekstrak kental dibandingkan dengan pelarut etanol 70% (Hataningtyas et al., 2024)

$$\% \text{ Rendemen} = \frac{\text{bobot ekstrak yang didapat (g)}}{\text{berat simplisia awal (g)}} \text{ x } 100\%$$

3.4.5 Parameter Ekstrak

Agar diperoleh ekstrak yang memiliki mutu sesuai dengan standar yang telah ditetapkan maka perlu dilakukan uji parameter ekstrak. Uji parameter yang dilakukan adalah sebagai berikut:

a. Uji Organoleptis

Uji organoleptik merupakan pengujian dengan menggunakan alat indra berupa mata, hidung, dan lidah untuk mengetahui karakteristik fisik dari suatu bahan yang diuji meliputi bau, bentuk, dan warna. Organoleptik bau dinyatakan “tidak berbau”, “praktis tidak berbau”, “bau khas lemah”, “bau khas” atau lainnya (Octavia et al., 2023)

b. Uji Penetapan susut pengeringan

Botol timbang ditimbang kosongan kemudian di masukan ke dalam oven tunggu suhu sampai 500°C ketika suhu sudah 500°C tunggu sampai 30 menit keluarkan botol timbang dan masukan

botol timbang ke desikator pastikan botol timbang sudah tidak panas kemudian timbang ekstrak dan masukan kedalam botol timbang sebanyak 1 gram kemudian dipanaskan kembali menggunakan oven tunggu sampai suhu 500℃ tunggu sampai 30 menit kemudian angkat dan dimasukan kedesikator dan timbang kembali botol timbang berisi ekstrak tersebut diperolehpenetapan susut pengeringan yang baik adalah pada kadar kurang dari 10% (Pandapotan Marpaung & Septiyani, 2020). Persentase susut pengeringan dihitung dengan rumus:

$$\text{Susut pengeringan} = \frac{\text{berat sari air (g)}}{\text{berat ekstrak (g)}} \text{ x } 100\%$$

c. Penetapan kadar air

Penetapan kadar air ekstrak menggunakan alat yang disebut dengan *Moisture Analizer Balance* dengan suhu alat 15ºC dengan cara ekstrak di masukan kedalam *Moisture Analizer Balance* sebanyak 0,5 gram kemudian ekstrak didiamkan didalam alat tersebut selama 10 menit dan lihat hasil kadar air yang terkandung dalam ekstrak tersebut. Kadar air ekstrak yang baik adalah tidak lebih dari 10% (Marpaung & Septiyani anggun, 2020)

d. Penetapan kadar abu total

Sebanyak 1 gram ekstrak ditimbang dan dimasukkan dalam krus silikat yang sebelumnya telah dipijarkan dan ditimbang. Kemudian ekstrak dipijar dengan menggunakan tanur secara

perlahan-lahan hingga arang habis. Kemudian dinginkan dalam desikator dan ditimbang hingga bobot tetap, penetapan kadar abu total yang baik untuk ekstrak adalah tidak lebih dari 14% (Pandapotan Marpaung & Septiyani, 2020). Lalu dihitung kadar abu total yang dinyatakan dalam % (b/b) dalam rumus:

$$\text{Kadar abu total} = \frac{\text{bobot abu (g)}}{\text{bobot ekstrak (g)}} \text{x} 100\%$$

3.4.6 Uji Skrining Fitokimia

Uji skrining fitokimia pada penelitian ini meliputi uji alkaloid, uji flavonoid, uji tanin, uji terpenoid dan steroid, uji saponin:

a. Uji Alkaloid

Sebanyak 2 mL larutan ekstrak uji diuapkan diatas cawan porselin hingga diperoleh residu. Residu kemudian dilarutkan dengan 5 ml HCL 2N. Larutan yang didapat kemudian di bagi ke dalam 3 tabung reaksi. Tabung pertama ditambahkan dengan asam encer yang berfungsi sebagai blanko. Tabung kedua ditambahkan pereaksi Dragendroff sebanyak 3 tetes dan tabung ketiga ditambahkan pereaksi Mayer sebanyak 3tetes. Terbentuknya endapan jingga pada tabung kedua dan endapan kuning pada tabung ketiga menunjukkan adanya alkaloid (Puspitasar et al., 2020)

b. Uji Flavanoid

Ekstrak sebanyak 1 gram dilarutkan dengan aquadest sebanyak 10 ml didihkan selama 5 menit kemudian saring. Ambil filtrat 5 ml ditambah serbuk Mg sebanyak 0,5 gram dan beberapa tetes HCl pekat. Jika positif mengandung flavonoid maka akan muncul warna pink, magenta, atau jingga (Hataningtyas et al., 2024)

c. Uji Terpenoid dan Steroid

Ekstrak yang diperoleh diambil sedikit dan dikeringkan diatas papan spot tes, ditambahkan 3 tetes anhidrida asetat dan kemudian 1 tetes asam sulfat pekat. Adanya senyawa golongan terpenoid akan ditandai dengan timbulnya warna merah sedangkan adanya senyawa golongan steroid ditandai dengan munculnya warna biru (Puspitaningrum Ika et al., 2020).

d. Uji Saponin

Sebanyak 500 mg ekstrak dimasukkan ke dalam tabung reaksi, ditambahkan 10 ml air panas, didinginkan, dan kemudian dikocok kuat-kuat selama 10 detik. Terbentuk buih yang stabil selama tidak kurang dari 10 menit, setinggi 1 cm sampai 10 cm pada penambahan 1 tetes asam (Kusmita et al., 2020).

e. Uji Tanin

Uji Tanin Ekstrak disari dengan 10 ml air kemudian disaring, filtratnya diencerkan dengan air sampai tidak berwarna. Larutan diambil sebanyak 2 ml dan ditambahkan 2 tetes $FeCl_3$1 %.

Terbentuknya warna cokelat kehijauan atau biru kehitaman menunjukkan adanya tanin (Halim Umar, 2017).

3.4.7 Formulasi Sediaan Micellar Water

Tabel 3. 1 Formulasi Micellar Water ekstrak kulit buah manggis dan ekstrak bunga telang

Bahan	Kegunaan	Konsentrasi				Range	Literatur
		F0	F1	F2	F4		
Ekstrak kulit buah manggis	Zat aktif	0	0,5%	0,4%	0,2%	-	
Ekstrak bunga telang	Zat aktif	0	0,5%	0,6%	0,8%	-	(Dzakwan et al, 2020)
Gliserin	Humektan	0,25%	0,25%	0,25%	0,25%	0,25-15,0%	(Rowe et al., 2020)
Natrium glukonat	Buffer	0,2%	0,2%	0,2%	0,2%	0,2-8 %	(Dzakwan & Let,2020)
Pentilen glikol	Humektan	1,5%	1,5%	1,5%	1,5%	0,5-8 %	(Dzakwan et al, 2020
Metil Paraben	Pengawet	0,2%	0,2%	0,2%	0,2%	0,1-0,4%	(Rowe et al., 2020)
Asam laktat	Buffer	q.s	q.s	q.s	q.s	0,015-6,6 %	(Rowe et al., 2020)
Aquadest add.	**Basis**	add	add	add	add		

3.4.8 Pembuatan Sediaan *Micellar Water*

Siapkan dan timbang masing-masing bahan yang diperlukan, kemudian melarutkan semua bahan jadi satu natrium glukoat, gliserin, propilen glikol, asam laktat, aquadest, dan ekstrak kulit buah manggis dan bunga telang. Setelah itu aduk seluruh bahan sampai homogen. Setelah homogen masukan ke dalam wadah *micellar water* selanjutnya dilakukan uji evaluasi sediaan (Dzakwan, 2020)

3.4.9 Evaluasi Sediaan

Evaluasi sediaan *micellar water* yang dilakukan meliputi : uji orgaanoleptis, uji homogenitas, uji pH, uji viskositas, uji stabilitas dan uji daya bersih.

a. Uji Organoleptis

Uji organoleptis adalah pengujian yang dilakukan secara visual atau dilihat secara langsung untuk menggambarkan sediaan tersebut. Uji organoleptis mencakup bentuk atau tekstur, warna dan bau dari sediaan yang dihasilkan (Yericho et al., 2023).

b. Uji Homogenitas

Pengujian ini dilakukan dengan bantuan object glass larutan di teteskan lalu dilihat dari homogenitasnya apakah larutan larut ada cairan yang mengental atau sudah homogen (Nabilah Wusono et al., 2023).

c. Uji pH

Pengukuran pH sediaan dilakukan dengan menggunakan pH meter. pH meter dicelupkan dalam sediaan. Dibiarkan alat menunjukkan pH yang konstan. Syarat sediaan *micellar water* harus sesuai dengan pH kulit yaitu 4,5-7,8 (Nabilah et al., 2023).

d. Uji Viskositas

Pengujian kekentalan menggunakan viskometer oswold. Larutan produk akan di hitung bobot jenisnya lalu diukur kekentalannya berdasarkan waktu larutan melewati pipa kapiler

pada *viscometer*nilai viskositas micellar water 1,00-1,3cps (Nabilah Wusono et al., 2023).

e. Uji Stabilitas

Uji stabilitas yang bisa digunakan adalah *cycling test*. *Cycling test* yaitu sediaan *micellar water* disimpan pada suhu 4˚C selama 24 jam lalu dikeluarkan dan ditempatkan pada suhu 40˚C selama 24 jam yang diulang sejumlah 6 siklus. Pada sebelum dan sesudah siklus ke enam, dilakukan evaluasi fisik pada sediaan seperti organoleptis, homogenitas, pH dan viskositas dari sediaan. Uji *cyling test* bertujuan untuk melihat pengaruh suhu pada pemisahan fase air dan fase minyak (Yericho et al., 2023).

f. Uji daya bersih

Uji ini dilakukan pada formula sebelum melalui uji stabilitas. Untuk mengevaluasi daya pembersihan, menggunakan metode nodai cawan petri dengan lipstik dan dengan alas bedak cair dibuat di cawan petri, dibiarkan selama 10 menit. Selanjutnya, 1 ml pembersih diteteskan pada noda lipstik dan foundation, dan dipijat oleh kapas sebanyak 25 kali pijatan. Kemudian dituang 5 ml air di kedua area dan dipijat dengan lembut lagi selama 25 kali. Selanjutnya, cawan petri dicelupkan ke dalam air dan segera dikeluarkan (Raknam et al., 2020)

3.4.10 Analisis Data

Berdasarkan data dari *micellar water* yang ada dilakukan uji analisis statistik dengan analisis metode *One Way* Anova pada uji stabilitas.

3.4.11 Jadwal Penelitian

Tabel 3. 2 Jadwal Penelitian

No.	Jenis Kegiatan	Bulan (2024-2025)							
		Sep	Okt	Nov	Des	Jan	Feb	Mar	Apr
1.	Penentuan judul dan dosen pembimbing	✓							
2.	Pembuatan skripsi dan seminar proposal Skripsi		✓	✓	✓				
3.	Penelitian				✓	✓	✓		
4.	Seminar hasil						✓	✓	✓