

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan Januari – Maret 2025 di Laboratorium Teknologi Sediaan Farmasi Prodi Farmasi S1 Fakultas Ilmu Kesehatan Universitas Bhamada Slawi.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah alat-alat gelas ukur (pyrex), neraca analitik (Ohaus Pioneer PA21AC0, aluminium foil, spatula, cawan petri, blender (Miyako), mortir, steamper, plastik wrap, kompor listrik, penangas air, kertas perkamen, botol maserasi, batang pengaduk, rotary evaporator (Biobase), tabung reaksi (pyrex) , pipet tetes, rak tabung reaksi dan waterbath (Biobasc SY-2L8H).

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah daun nangka, daun pandan, sodium lauric sulfac, Na-CMC, Propilenglikol, Metil paraben, Menthol, dan Aquadest, HCl 2N, asam asetat 10%, asam sulfat pekat, etanol 96%, dan HCl pekat.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini menggunakan desain eksperimental, sering dikenal sebagai metodologi penelitian yang mampu menilai secara akurat hipotesis yang melibatkan hubungan sebab akibat, dengan membandingkan konsentrasi Na- CMC dalam sediaan sampo, melalui variabel dibawah ini :

1. Variabel Bebas

Variabel Bebas adalah salah satu variabel yang punya pengaruh besar terhadap variabel lainnya. Variabel bebas dalam penelitian ini adalah konsentrasi Na- CMC 0,25%, 0,50% dan 0,75%

2. Variabel Terikat

Variabel terikat adalah variabel yang dipengaruhi karena adanya variabel bebas. Variabel terikat pada penelitian ini adalah sifat fisik sediaan sampo yang meliputi uji organoleptis, uji pH, uji homogenitas, uji tinggi busa dan uji bobot jenis.

3. Variabel Terkontrol

Variabel terkontrol adalah variabel yang dibuat konstan, sehingga tidak akan memengaruhi variabel yang diteliti. Variabel terkontrol dalam penelitian ini adalah pengambilan sampel, metode pembuatan ekstrak daun nangka dan daun pandan.

3.4 Prosedur Penelitian

Untuk mencapai tujuan penelitian ini, peneliti terlibat dalam sejumlah tindakan secara konsisten dan metodis. Adapun tahapan prosedur penelitian ini meliputi :

3.4.1 Pengambilan Sampel

Sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah daun nangka dan daun pandan. Daun nangka diambil Desa Pesantunan, Kecamatan Wanasari dan Kabupaten Brebes. Kriteria daun nangka yang diambil adalah daun nangka muda yang berwarna hijau karena menghasilkan warna yang lebih hijau pekat dibandingkan dengan daun

nangka tua. Untuk daun pandan diambil di Desa Pagejungan, Kabupaten Brebes, kriteria daun pandan yang diambil daun berbentuk panjang yang berwarna hijau (Danayasa *et al.*, 2023).

3.4.2 Determinasi

Determinasi dilaksanakan guna menjamin kebenaran tumbuhan yang dipakai melalui penelitian ini. Determinasi dilakukan di Laboratorium Bahan Alam Farmasi Prodi S1 Farmasi Universitas Bhamada Slawi (Aida *et al.*, 2022).

3.4.3 Preparasi Sampel

Sampel berupa daun nangka dan daun pandan masing-masing sebanyak 5 kg dikumpulkan disortasi basah kemudian dicuci di bawah air mengalir sampai bersih untuk menghilangkan dari sisa kotoran. Kemudian lakukan proses pengeringan menggunakan oven pada suhu 50°C atau menggunakan matahari langsung selama 3 hari. Daun nangka dan daun pandan yang sudah kering setelah itu dihaluskan menggunakan blender, kemudian diayak dan ditimbang (Nurhikma *et al.*, 2018).

3.4.4 Pembuatan ekstrak

Ekstrak nangka dan daun pandan diperoleh dengan cara metode maserasi. Dilakukan selama 3 hari. Dilakukan dengan perbandingan (1:5). Pelarut yang digunakan adalah etanol 70%. Serbuk nangka dan daun pandan ditimbang seberat 200 gram, kemudian dipindahkan dalam botol gelap yang ditambahkan 1000 mL etanol 70%, selanjutnya diaduk

dan ditutup. Setelah itu didiamkan selama 24 jam. Dalam proses perendaman dilakukan penggojogan minimal 3x dalam sehari. Hasil dari proses perendaman disaring kemudian dipekatkan dengan *rotary evaporator* dengan tujuan untuk memisahkan ekstrak dari cairan penyari dengan pemanasan. Ekstrak pekat yang dihasilkan kemudian dimasukkan kedalam wadah yang steril (Nurhikma et al., 2018).

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

3.4.5 Uji Parameter Ekstrak

1. Kadar Air

Alat *moisture analyzer* di set pada 105 °C, dengan otomatis langsung memeriksa ketika alat ditutup. Sebanyak 1,5 gram ekstrak dimasukkan dan diratakan dalam mangkok alumunium foil, kemudian dimasukkan kedalam alat. Pemanas hologen akan menyala dan memulai memanaskan ekstrak hingga bobot konstan, selama lampu halogen masih nyala maka berat ekstrak belum konstan. Setelah lampu mati berat ekstrak sudah konstan dan dilayar akan ditampilkan kadar air dari ekstrak. Persyaratan kadar air tidak boleh lebih dari 10% (Depkes,2014).

2. Susut Pengeringan

Sebanyak 1 gram ekstrak dimasukkan ke dalam botol timbang yang sebelumnya telah dioven pada suhu 105 C selama 30 menit dan sudah ditara, ditimbang seksama. Keringkan ekstrak pada suhu 105

C sehingga diperoleh bobot konstan. Penimbangan dilakukan setelah cawan dan ekstrak dimasukkan ke dalam eksikator hingga suhu kamar.

$$SP = \frac{\text{Berat sebelum pemanasan} - \text{berat akhir}}{\text{berat sebelum pemanasan}} \times 100\%$$

3. Kadar Abu

1. Kadar abu total

Sebanyak 2 g ekstrak yang telah digerus dan ditimbang seksama, dimasukkan dalam krus silikat yang telah dipijarkan dan ditara, ratakan. Pijarkan perlahan-lahan hingga arang habis, timbang, dan dipijarkan bertahap hingga suhu $600 \pm 25^\circ\text{C}$. Jika cara ini arang tidak dapat dihilangkan, tambahkan air panas, saring melalui kertas saring bebas abu. Pijarkan sisa kertas dan kertas saring dalam krus yang sama. Masukkan filtrate dalam krus, uapkan, pijarkan hingga bobot tetap timbang. Hitung kadar abu (Depkes, 2014).

$$\text{Kadar abu total} = \frac{W_2 - W_0}{W_1} \times 100\%$$

Keterangan :

W_0 = bobot krus kosong (gram)

W_1 = bobot ekstrak awal (gram)

W_2 = bobot krus + ekstrak setelah diabukan (gram)

2. Kadar abu yang tidak larut asam

Abu yang diperoleh dari penetapan kadar abu total, dididihkan dengan 25 mL asam sulfat encer selama 5 menit, kumpulkan

bagian yang tidak larut dalam asam, saring melalui krus kaca masir atau kertas saring bebas abu, cuci dengan air panas, pijarkan (dengan suhu dinaikkan secara bertahap hingga $600 \pm 25^\circ\text{C}$) hingga bobot tetap, timbang. Hitung kadar abu yang tidak larut dalam asam terhadap bahan yang telah dikeringkan di udara (Depkes, 2014).

$$\text{Kadar abu tidak larut asam} = \frac{W_2 - W_0}{W_1} \times 100\%$$

Keterangan :

W0 = bobot krus kosong (gram)

C = bobot kertas saring (gram)

W1 = bobot ekstrak awal (gram)

W2 = bobot krus + abu yang tidak larut asam (gram)

3.4.6 Skrining Fitokimia

Skrining fitokimia merupakan metode yang digunakan untuk mempelajari komponen senyawa aktif yang terdapat pada sampel, yaitu mengenai struktur kimianya, biosintesisnya, penyebarannya secara alamiah dan fungsi biologisnya, isolasi dan perbandingan komponen senyawa kimia dari bermacam-macam jenis tanaman (Siregar & Topia, 2021). Uji skrining fitokimia pada penelitian ini meliputi uji saponin, alkaloid, flavonoid, dan tanin.

a) Flavonoid

Sebanyak 0,5 gram ekstrak nangka dan ekstrak daun pandan dimasukkan dalam tabung reaksi ditambahkan 5 tetes HCl pekat, sedikit serbuk Mg dan 5 tetes amil alkohol kemudian dikocok. Bila

terbentuk warna merah, jingga, atau kuning menunjukkan adanya flavonoid (Kusumawati, Supriningrum & Rozadi, 2015).

b) Alkaloid

Sebanyak 0,5 gram ekstrak nangka dan ekstrak daun pandan dimasukkan dalam tabung, ditambahkan 1 mL HCl 2 N lalu ditambahkan air suling 9 mL. Dipanaskan selama 2 menit setelah dipanaskan kemudian disaring menggunakan kertas saring sehingga didapat ekstrak nangka dan ekstrak daun pandan. Diambil 3 tetes filtrat yang diperoleh. Ditambahkan 2 tetes pereaksi Meyer menghasilkan endapan putih/kuning. Selanjutnya, Diambil 3 tetes filtrat, ditambahkan 2 tetes pereaksi Dragendrof menghasilkan endapan merah bata. Alkaloid dianggap positif jika terjadi endapan atau paling sedikit 2 atau 3 dari percobaan di atas (Kusumawati, Supriningrum & Rozadi, 2015).

c) Uji Tanin

Sebanyak 0,5 gram ekstrak nangka dan ekstrak daun pandan dimasukkan dalam tabung reaksi ditambahkan 1 sampai 2 tetes larutan FeCl_3 1%. Bila terbentuk warna biru tua dan hijau kehitaman, menunjukkan adanya tanin atau sepuluh tetes ekstrak daun kecombrang dimasukkan dalam tabung reaksi ditambahkan 1 sampai 2 tetes larutan gelatin. Bila timbul endapan menunjukkan adanya tanin (Maryam, Taebe & Toding, 2020).

d) Uji Saponin

Sebanyak 0,5 gram ekstrak nangka dan ekstrak daun pandan dimasukkan dalam tabung ditambahkan 5 mL air panas dan dikocok selama 15 menit, lalu ditambahkan 1 dan 2 tetes HCl 2 N. Jika terbentuk busa permanen menunjukkan adanya saponin (Maryam, Taebe & Toding, 2020).

3.4.7 Formulasi sediaan sampo

Berikut ini tabel formulasi sediaan sampo yang digunakan (Fitriani *et al.*, 2024)

Tabel 3. 1 formulasi sediaan sampo

Bahan	F0%	F1%	F2%	F3%	Fungsi bahan
Ekstrak daun nangka	-	3	3	3	Zat aktif
Ekstrak daun pandan	-	3	3	3	Zat aktif
CMC-Na	0,25	0,25	0,50	0,75	Pengental
Natrium lauric sulfa	10	10	10	10	Surfaktan
Metil paraben	0,2	0,2	0,2	0,2	Pengawet
Propolenglikol	6	6	6	6	Pelembab
Menthol	0,2	0,2	0,2	0,2	Pengaroma
Oleum Citri	Qs	Qs	qs	Qs	
Aquadest	Ad 100	100	100	100	Pelarut

3.4.8 Pembuatan sediaan sampo

Disiapkan alat dan bahan yang akan digunakan, ditimbang semua bahan yang akan digunakan, memanaskan mortir dan stemper menggunakan air panas selama beberapa menit. Setelah itu memasukan CMC sedikit demi sedikit aduk hingga homogen dan mengembang (masa 1). Natrium sulfat dilarutkan menggunakan air panas secukupnya, di aduk hingga homogen (masa 2) melarutkann metil paraben dan menthol menggunakan etanol 96%. Kemudian

mencampurkan masa 1 dan masa 2 dan menambahkan propilenglikol dan larutan metil paraben dan menthol aduk hingga homogen. Dimasukkan ekstrak daun pandan dan ekstrak daun nangka aduk ad homogen. Kemudian memasukan ke dalam botol dan menambahkan aquades sampai batas kalibrasi.

3.4.9 Evaluasi sediaan sampo

Dari metode penelitian ini dapat dilakukan uji Evaluasi Sampo, sebagai berikut:

a. Uji Organoleptik

Sampo harus menyenangkan secara estetika, tidak pecah, dan mampu menghasilkan buih saat diaduk. Pemeriksaan organoleptik dengan menggunakan panca indera untuk mengamati bentuk, bau dan warna (Utami & Anwarudin, 2021).

b. Uji pH

Dimasukkan kertas indikator pH dalam sediaan sampo, setelah itu sesuaikan warna yang terjadi pada kertas indikator. pH sediaan sampo sesuai dengan pH kulit yaitu antara 4,5- 7,0 (Rashati & Eryani, 2019).

c. Uji homogenitas

Slide kaca digunakan untuk mengamati homogenitas sampo setelah menimbang dan menggosokan 0,5 gram sampo ke benda kaca kering untuk membuat lapisan tipis. Periksa untuk melihat apakah ada area yang tidak rata dalam campuran. Tujuannya adalah

agar dapat melihat ekstrak daun pandan dan daun nangka dengan baik sehingga tidak meninggalkan butiran-butiran bahan yang digunakan (Utami & Anwarudin, 2021).

d. Uji pengukuran tinggi busa

Untuk mengetahui kemampuan sampo dalam menghasilkan busa dalam air. Sediaan sampo diuji dengan mengukur tinggi busa secara bergantian untuk setiap formulasi, dimasukkan ke dalam tabung reaksi. 1 gram sediaan sampo dilarutkan dalam 10 mL aquadest, lalu dikocok dalam waktu 20 detik dengan cara tabung reaksi dibolak-balik secara beraturan. Selanjutnya amati tinggi busa yang dihasilkan dan 5 menit kemudian diamati kembali tinggi busanya. Persyaratan pengukuran tinggi busa berada di rentang 1,3 – 22 cm (Utami & Anwarudin, 2021).

e. Uji viskositas

Pengujian viskositas bertujuan untuk melihat tingkat kekentalan dari masing-masing formulasi yang dibuat. Uji viskositas dilakukan menggunakan alat *viscometer Brookfield* dengan cara sediaan sampo dimasukkan kedalam gelas beaker, kemudian gelas beaker diletakan dibawah alat *viscometer Brookfield*. Spindle yang digunakan yaitu no 4 dengan kecepatan 60 rpm. Dimana viskositas sampo yang baik memiliki nilai dengan rentang 400-4000 Cpa.S (Eryani et al., 2023).

f. *Cycling test*

Sediaan sampo disimpan pada suhu rendah menggunakan alat *climatic chamber* selama 24 jam lalu dipindahkan ke suhu tinggi selama 24 jam, waktu selama penyimpanan dua suhu tersebut dianggap satu siklus. Uji stabilitas dilakukan sebanyak 6 siklus atau selama 12 hari kemudian diamati perubahann (Juwita, Djajadisastra, & Azizahwati. 2013).

3.5 Analisis Data

Data yang diperoleh dari hasil penelitian dianalisis dianalisis dengan SPSS 26.for windows untuk mengetahui normalitas data diuji dengan menggunakan *Saphiro-wilk*. Data terdistribusi normal jika $P > 0,05$ dan data dikatakan tidak terdistribusikan normal jika $P < 0,05$. Kemudian dilanjutkan dengan uji *homogeneity* untuk megetahui homogenitas data. Jika nilai $P > 0,05$ maka data yang diuji adalah homogeny. Dan jika nilai $P < 0,05$ maka data tidak homogeny. Kemudian jika data homogeny dan terdistribusikan dengan normal, maka data dianalisis dengan uji *One Way ANOVA* satu arah dan dilanjut dengan uji Post Hoc LSD jika nilai $P < 0,05$ untuk mengetahui formulasi mana saja yang memiliki perbedaan bermakna.

