

BAB III

BAHAN DAN METODE

3.1 Metode Penelitian

Metode penelitian adalah metode penelitian eksperimental. Metode ini menggunakan kegiatan percobaan (*experimental research*) berdasarkan penelitian terdahulu. Penelitian terdahulu yang dijadikan acuan dalam melakukan formulasi adalah penelitian milik Brilhante (2018) dengan judul "Development of A Solid Organic Shampoo Formulation". Sedangkan penelitian terdahulu yang dijadikan acuan dalam melakukan evaluasi fisika-kimia merujuk pada teori yang ada pada SNI 3532:2017 mengenai sabun padat dan SNI 2962:1992 mengenai shampo cair. Juga, penelitian yang dilakukan oleh Rizka (2017) dengan judul "Formulasi Sabun Padat Kaolin Penyuci *Najis Mughalladzah* dengan Variasi Konsentrasi Minyak Kelapa dan Asam Stearat". Dalam penelitian ini, dilakukan modifikasi dalam melakukan formulasi *shampoo bar* dengan bahan aktif berupa merang padi (*Oryza sativa*) sekaligus variasi konsentrasi asam stearat.

3.2 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di lingkungan kampus Politeknik Kesehatan Kemenkes Malang di Laboratorium Kimia D-III Analisis Farmasi dan Makanan dimulai pada tanggal 30 Mei 2022 hingga tanggal 3 Juni 2022.

3.3 Objek Penelitian

Objek penelitian yang akan diteliti pada penelitian ini adalah *shampoo bar* yang diformulasikan dengan merang padi (*Oryza sativa*) sebagai bahan aktif di dalamnya.

3.4 Alat dan Bahan

3.4.1 Alat

Alat yang digunakan yaitu timbangan digital, pH meter, kaca arloji, pengaduk, pipet tetes, oven, saringan, dan plat pemana, gelas kimia 100 mL, gelas ukur, spatula, rak tabung reaksi, tabung reaksi, loyang, dan *magnetic stirrer*.

3.4.2 Bahan

Bahan yang digunakan yaitu *Cocamidopropyl Betaine*, *Sodium Cocoyl Isethionate*, *Coco Glucoside*, Asam Stearat, *Cetearyl Alcohol*, Aquadest, minyak kelapa, ekstrak merang padi, dan minyak esensial aroma *rosemary* dan *peony*.

3.5 Variabel Penelitian

Variabel penelitian adalah nilai dari objek yang telah divariasikan dan telah ditetapkan oleh peneliti untuk dipelajari hubungannya sekaligus ditarik kesimpulannya (Sugiyono, 2014). Variabel penelitian yang ada dalam penelitian ini adalah variabel bebas (*independent variable*) dan variabel terikat (*dependent variable*). Variabel bebas merupakan variabel yang mempengaruhi variabel terikat. Variabel bebas pada penelitian ini adalah *shampoo bar* hasil formulasi dengan merang padi (*Oryza sativa*) sebagai bahan aktifnya. Sedangkan variabel terikat pada penelitian ini adalah stabilitas fisik *shampoo bar*.

3.6 Definisi Operasional

Definisi operasional dari Uji Stabilitas Fisik pada Formulasi Sediaan *Shampoo Bar* dari Merang Padi (*Oryza sativa*) dapat dilihat dari tabel berikut:

Tabel 3.1 Tabel Definisi Operasional

Variabel	Definisi Operasional	Alat Ukur	Skala
Variabel bebas: Sediaan <i>Shampoo Bar</i> hasil formulasi.	Merupakan bentuk sediaan <i>shampoo bar</i> yang telah diformulasikan setelah melalui proses pencampuran bahan, <i>molding</i> , dan <i>curing</i> .	-	-
Variabel terikat: Evaluasi fisika-kimia sediaan <i>shampoo bar</i>	Merupakan hasil evaluasi fisika-kimia dari sediaan <i>shampoo bar</i> .	Pengukuran instrumental dengan alat berupa thermometer	Nominal

3.7 Prosedur Kerja

3.7.1 Penyiapan Ekstrak Merang Padi (*Oryza sativa*)

Penyiapan ekstrak merang padi dimulai dengan menyiapkan merang padi sebanyak 50 gram kemudian dicuci. Setelah dicuci, merang padi dijemur hingga kering sampai seluruh kadar airnya menguap. Selepas dikeringkan, merang padi dibakar hingga menjadi abu. Setelah menjadi abu merang padi, dilakukan penimbangan lalu dicatat beratnya. Dilakukan proses ekstraksi metode perendaman menggunakan pelarut berupa aquadest. Abu merang padi direndam dengan aquadest 150 ml dan didiamkan selama 24 jam. Selanjutnya, dilakukan proses penyaringan hingga air menjadi bening dan jernih (Sofa, 2020).

3.7.2 Prosedur Formulasi *Shampoo Bar*

Formulasi *shampoo bar* dimulai dengan membagi bahan-bahan menjadi beberapa fase sebagai berikut:

Tabel 3.2 Fasa Formulasi Bahan Shampoo Bar (Referensi Brillhante, 2018)
Formulasi 25 gram Sediaan Shampoo Bar 5% Asam Stearat

Fasa	Bahan	Konsentrasi (%b/b)
A	<i>Cocamidopropyl betaine</i>	30
	<i>Coco glucoside</i>	15
B	<i>Sodium Cocoyl Isethionate</i>	5
C	<i>Cetearyl alcohol</i>	10
	Asam stearat	5 (F1), 15 (F2), 20 (F3)
	Minyak kelapa	15
	Shea Butter	5
E	Ekstrak merang padi	3
	Clay	9
D	Minyak esensial aroma lemon (<i>lemongrass essential oil</i>)	1

Fasa B (*Sodium Cocoyl Isethionate* (SCI)) dicampurkan di dalam gelas kimia dengan Fasa A (*coco glucoside* dan *cocamidopropyl betaine*) dan diaduk hingga menghasilkan campuran yang kental dengan tekstur seperti *wax* setengah padat sempurna. Agar campuran antara Fasa B dan

Fasa A tercampur sempurna, maka ditambahkan juga Fasa C yang sebelumnya sudah dilelehkan. Lalu, ditambahkan pula Fasa D dan E dan dilakukan pemanasan dengan suhu 75⁰C dan pengadukan hingga merata. Setelah itu, campuran dicetak dengan menggunakan tangan dan dilakukan proses *molding* selama 24-48 jam dan disimpan dalam suhu ruang (24⁰C). Setelah 24-48 jam, hasil cetakan dipindahkan ke loyang dan disimpan di rak penyimpanan dengan suhu ruang (Brilhante, 2018).

3.7.3 Prosedur Evaluasi Fisika-Kimia

a. Uji Organoleptis

Uji organoleptis dilakukan dengan proses penginderaan terhadap sediaan. Sediaan diamati selama beberapa detik untuk melihat warna dan bentuknya. Selanjutnya, sediaan dibau untuk diperiksa aromanya. Setelah dilakukan proses membau, dilakukan proses perabaan untuk mengetahui kekerasan dan tekstur sediaan.

b. Uji Stabilitas Busa

Uji stabilitas busa dilakukan dengan cara menimbang sediaan sebanyak 1 gram kemudian dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan diberi aquadest sebanyak 10 ml. Kemudian, dilakukan pengocokan secara kuat selama 1 menit. Setelah dilakukan pengocokan, tinggi busa awal (H_0) diukur menggunakan mistar dan dibiarkan selama 5 menit. Setelah 5 menit, tinggi akhir busa (H) diukur dengan mistar dan dicatat lalu metode diulangi sebanyak tiga kali. Stabilitas busa dihitung dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$\%Busa\ yang\ hilang = \frac{H_0 - H}{H} \times 100\%$$
$$Stabilitas\ busa = 100\% - \%Busa\ yang\ hilang$$

Dengan arti notasi sebagai berikut:

H_0 = Tinggi busa awal (cm)

H = Tinggi busa akhir (cm)

(Rizka, 2017).

c. Uji Kadar Air

Prosedur uji kadar air dilakukan dengan cara menimbang sediaan sebanyak 5 gram. Selanjutnya, cawan petri juga ditimbang dan dicatat sebagai bobot awalnya. Setelah itu, cawan petri dioven selama 30 menit dengan suhu 105⁰C dengan menggunakan oven. Tujuan penggunaan suhu 105⁰C ini adalah karena air akan menguap sempurna pada suhu tersebut. Setelah dioven, didinginkan dalam desikator selama 5 menit lalu ditimbang dan dicatat bobotnya. Lalu, masing-masing sediaan dimasukkan dalam cawan petri yang telah dioven. Selanjutnya, dilakukan proses pengovenan selama 1 jam dengan suhu 105⁰C. Setelah 1 jam, didinginkan di desikator selama 5 menit dan dilakukan proses penimbangan. Prosedur diulangi sebanyak tiga kali sampai diperoleh bobot tetap (Rizka, 2017). Kemudian, dilakukan perhitungan dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$\%Kadar\ air = \frac{W_1 - W_2}{W} \times 100$$

Dengan arti notasi sebagai berikut:

W_1 = bobot contoh uji dan cawan sebelum pengovenan (gr)

W_2 = bobot contoh uji dan cawan setelah pengovenan (gr)

W = bobot sampel

d. Uji Derajat Keasaman (pH)

Prosedur uji derajat keasaman (pH) adalah dengan cara menimbang sediaan sebanyak satu gram dan dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 ml. Setelah itu, ditambahkan 10 ml aquadest dan diaduk hingga larut. Selanjutnya, dilakukan kalibrasi pH meter dengan larutan yang memiliki pH 4, pH 7, dan pH 10. Lalu, pH meter didiamkan hingga diperoleh pH yang tetap (Rizka, 2017). Dilakukan pengukuran dengan mencelupkan elektroda pH meter ke dalam larutan. Tiap formulasi dilakukan replikasi sebanyak tiga kali.

3.8 Analisis Data

Data hasil evaluasi fisika-kimia kemudian dimasukkan ke dalam tabel yang tersaji di bawah sebagai berikut:

a. Hasil Uji Organoleptis

Hasil uji organoleptis disajikan sesuai dengan tabel yang tertera di bawah ini:

Tabel 3.3 Rancangan Tabel Hasil Uji Organoleptis Shampoo Bar dari Merang Padi

Formulasi	Bentuk	Warna	Bau
F1			
F2			
F3			

b. Hasil Uji Stabilitas Busa

Hasil uji stabilitas disajikan sesuai dengan tabel yang tertera di bawah ini:

Tabel 3.4 Rancangan Tabel Hasil Uji Stabilitas Busa Shampoo Bar dari Merang Padi

Pengukuran Tinggi Busa (cm)						
Percobaan	F1		F2		F3	
	Ho	H	Ho	H	Ho	H
I						
II						
III						
Rata-Rata						

c. Hasil Uji Kadar Air

Hasil uji kadar air disajikan sesuai dengan tabel yang tertera di bawah ini:

Tabel 3.5 Rancangan Tabel Uji Kadar Air Shampoo Bar dari Merang Padi

Data Hasil Uji Kadar Air	
Percobaan	Formulasi

	F1	F2	F3
I			
II			
III			

d. Hasil Uji Pengukuran pH

Hasil uji pengukuran pH disajikan sesuai dengan tabel yang tertera di bawah ini:

Tabel 3.6 Rancangan Tabel Hasil Uji Pengukuran pH Shampoo Bar dari Merang Padi

Data Hasil Pengukuran pH			
Percobaan	Formulasi		
	F1	F2	F3
I			
II			
III			

e. Teknik Analisis Data

Data yang telah diperoleh kemudian diuji menggunakan SPSS. Diasumsikan, data percobaan terlalu sedikit sehingga data tidak terdistribusi normal. Setelah dilakukan asumsi, dilakukan uji homogenitas pada data yang telah diperoleh. Setelah diperoleh data hasil uji homogenitas, jika data tidak terdistribusi secara sempurna ($\text{Sig} < 0.005$), maka dilakukan uji non parametrik berupa *Kruskal-Wallis Test*.

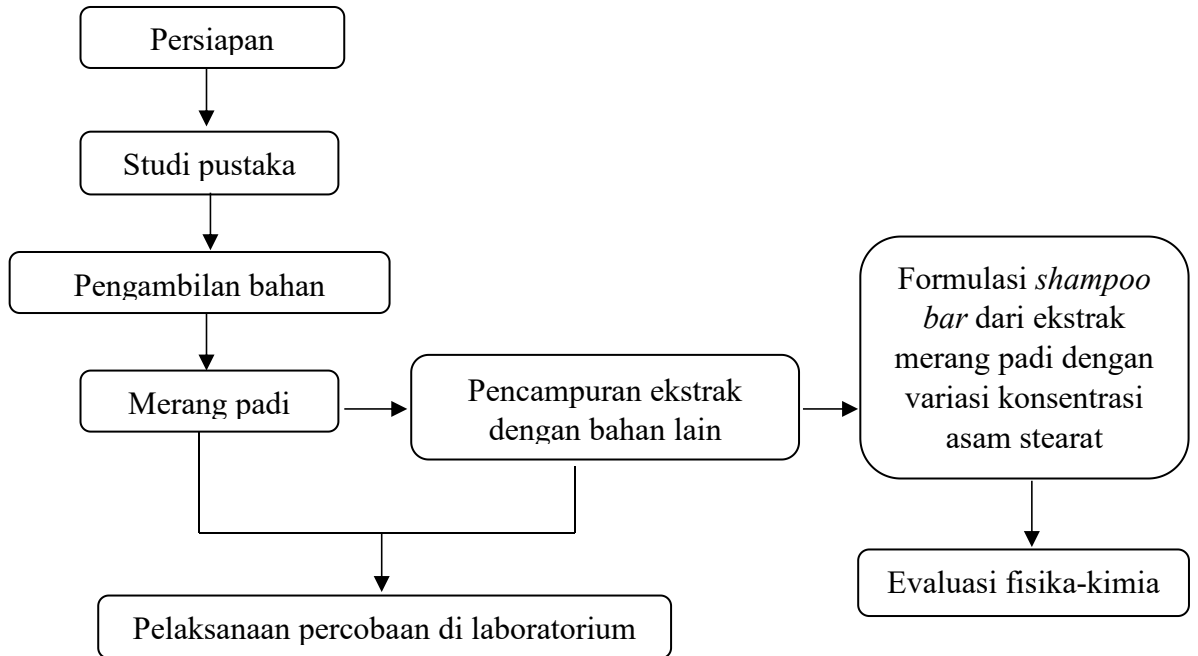
Digunakan uji non parametrik berupa *Kruskal-Wallis Test* karena terdapat tiga independen sampel dalam penelitian. Uji non parametrik berupa *Kruskal-Wallis Test* ini dilakukan untuk menguji apakah hipotesis diterima atau ditolak. Hipotesis yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

H_0 = Variasi konsentrasi asam stearat tidak berpengaruh signifikan terhadap sifat fisika-kimia sediaan *shampoo bar*.

H_a = Variasi konsentrasi asam stearat berpengaruh secara nyata terhadap sifat fisika-kimia sediaan *shampoo bar*.

Dalam Kruskal-Wallis *Test*, syarat yang harus diperhatikan adalah jika $Sig > 0.05$, maka H_0 diterima dan H_a ditolak. Jika $Sig < 0.05$, maka H_0 ditolak dan H_a diterima.

3.9 Tahapan Alur Penelitian



Gambar 3.1 Tahapan Alur Penelitian