

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **A. Populasi dan Sampel**

##### **1. Populasi**

Populasi yang digunakan dalam penelitian ini adalah sediaan *facial wash gel* ekstrak etanol daun beluntas (*Pluchea indica L.*) yang dibuat dengan variasi konsentrasi HPMC sebagai *gelling agent*.

##### **2. Sampel**

Sampel adalah perwakilan dari suatu populasi yang diamati karakteristiknya dalam suatu penelitian. Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah *facial wash gel* ekstrak etanol daun beluntas (*Pluchea indica L.*) yang dibuat dengan variasi konsentrasi HPMC sebagai *gelling agent*, untuk F1; F2; F3 adalah 0,5%, 1 %, 1,5 %.

#### **B. Variabel Penelitian**

##### **1. Identifikasi Variabel Utama**

Variabel utama dalam penelitian ini adalah *facial wash gel* dengan ekstrak daun beluntas (*Pluchea indica L.*).

##### **2. Klasifikasi Variabel Utama**

###### **2.1. Variabel Bebas**

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah variasi konsentrasi HPMC dengan variasi konsentrasi yaitu 0,5%, 1 %, 1,5 %.

###### **2.2. Variabel Terkendali**

Variabel terkendali dalam penelitian ini adalah uji organoleptis, uji homogenitas, uji pH, uji daya sebar, uji viskositas, uji daya busa, uji daya lekat, uji stabilitas.

###### **2.3. Variabel Terikat**

Variabel terikat adalah variabel yang muncul akibat adanya variable bebas. Variable terikat pada penelitian ini adalah evaluasi mutu fisik sediaan *facial wash gel*. Evaluasi mutu fisik *facial wash gel* antara lain uji organoleptis, uji homogenitas, uji daya sebar, uji pH, uji daya busa, uji daya lekat, uji stabilitas.

##### **3. Definisi Operasional Variabel Utama**

Sediaan *facial wash gel* adalah jenis pembersih wajah yang berbentuk gel dan mengandung busa, dirancang khusus untuk membersihkan kulit dengan lembut.

Evaluasi mutu fisik adalah pengujian terhadap sediaan *facial wash gel* yang nantinya akan menentukan stabilitas fisik yang terbaik dari suatu formula sabun cair yang meliputi organoleptis, homogenitas, pH, viskositas, daya sebar, daya busa, daya lekat dan uji stabilitas.

## C. Alat dan Bahan

### 1. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi beaker glass (pyrex®iwaki), batang pengaduk, kaca arloji, gelas ukur (pyrex®iwaki), neraca analitik (Ohaus PAJI003), pH meter ST3100 (Ohaus®), Rotary evaporator, pipet tetes, *viscometer Brookfield* (DV2T), mortar, stamper, tabung reaksi, cawan penguap, seperangkat alat destilasi, oven, alat uji daya lekat, penangas air atau *water bath*, seperangkat alat maserasi dan alat uji fitokimia.

### 2. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi ekstrak daun beluntas yang diperoleh dengan cara maserasi dengan etanol 96 %, aquadest, HPMC K15M, TEA, propileneglikol, *sodium lauryl sulfate* (SLS), DMDM hydantoin, *fragrance* dan gliserin,  $\text{FeCl}_3$ ,  $\text{HCl}$  2N,  $\text{HCl}$  1N,  $\text{HCl}$  pekat, reagen bouchardat, reagen dragendorff, serbuk Mg.

## D. Jalannya Penelitian

### 1. Determinasi Tanaman

Determinasi tanaman adalah suatu langkah yang dilakukan untuk penelitian yang menggunakan sampel berupa tanaman dan beberapa bagian tanaman dari tanaman tersebut. Determinasi dilakukan untuk mengetahui kebenaran dari kandungan tanaman dan menyesuaikan ciri monografi dari tanaman tersebut. Determinasi tanaman daun beluntas (*Pluchea indica* L.) dilakukan di Laboratorium Herba Medica Batu.

### 2. Pembuatan Serbuk

Pembuatan serbuk simplisia adalah langkah awal dalam proses pembuatan ekstrak. Serbuk simplisia dihasilkan dari simplisia utuh atau potongan-potongan kecil simplisia yang telah dikeringkan, kemudian diolah menjadi serbuk menggunakan blender tanpa merusak atau menghilangkan kandungan kimia yang diperlukan. Serbuk tersebut kemudian diayak dengan ayakan mesh 40, untuk mencapai tingkat kehalusan yang diinginkan. Derajat kehalusan serbuk simplisia meliputi sangat kasar, kasar, agak kasar, halus, dan sangat halus. Kecuali jika

dinyatakan lain, untuk pembuatan ekstrak, serbuk simplisia yang digunakan adalah serbuk halus, sebagaimana tercantum pada pengayak dan derajat halus serbuk (Kemenkes RI, 2017).

### **3. Susut Pengeringan Serbuk**

Penetapan susut pengeringan serbuk dilakukan menggunakan alat moisture balance. Simplisia harus berbentuk serbuk dengan derajat halus nomor 40, suhu pengeringan 105°C, dan susut pengeringan dilakukan dengan menimbang 2 gram serbuk pada lempeng yang sudah ditara. Kemudian ratakan dan ditunggu hingga alat berbunyi (BPOM RI, 2015). Lakukan replikasi sebanyak 3 kali kemudian dihitung presentasinya.

### **4. Pembuatan Ekstrak Daun Beluntas**

Masukkan 2.000 g serbuk daun beluntas kering ke dalam maserator, tambahkan 20 L bagian pelarut etanol 96%. Diamkan selama 1 jam dan sesekali dilakukan pengadukan dan dikocok lakukan sebanyak 3 kali lalu disimpan pada suhu ruang selama 24 jam. Proses ekstraksi maserasi dilakukan selama 2 x 24 jam. Setelah hari ke 2 kemudian maserat yang diperoleh disaring dengan menggunakan kertas saring. Hasil maserat yang diperoleh dikumpulkan kemudian diuapkan dan dipekatkan menggunakan rotary evaporator pada suhu 60°C hingga menjadi 1/3 bagian dan dilanjutkan dengan *water bath* pada suhu 75°C karena suhu tersebut merupakan titik didih etanol. Ekstrak kental yang di peroleh ditimbang untuk menghitung rendemen dan simplisia di tempat yang terlindung dari cahaya atau botol berwarna gelap sampai saat digunakan untuk pengujian (Raudhatun, 2023). Pisahkan maserat dengan cara sentrifugasi, dekantasi atau filtrasi.

Kumpulkan semua maserat, kemudian uapkan dengan penguap vakum atau penguap tekanan rendah dapat juga menggunakan "rotavapor" hingga diperoleh ekstrak kental (Kemenkes RI, 2017).

## **5. Uji Fitokimia**

### **4.1 Uji Saponin**

Sebanyak 0,5 g ekstrak daun beluntas ditimbang, lalu ditambahkan 10 ml air panas dan dikocok dengan kuat selama 10 detik. Terbentuk buih yang mantap tidak kurang dari 10 menit setinggi 1-10 cm. Tambahkan HCl 2 N kurang lebih tiga tetes, hasil positif ditunjukkan dengan adanya busa. Sampel dinyatakan positif jika terbentuk bisa stabil selama sepuluh menit (Sari *et al.*, 2023).

#### **4.2 Uji Tanin**

Ekstrak daun beluntas ditambah 2 sampai 3 tetes  $\text{FeCl}_3$  1%. Hasil positif jika larutan berwarna biru kehitaman atau hijau kehitaman menunjukkan adanya kandungan tanin (Asih, 2023).

#### **4.3 Uji Flavonoid**

Ekstrak daun beluntas kemudian ditambahkan serbuk Mg sebanyak 0,05 g serta HCL pekat 1 mL, dikocok perlahan. Hasil positif ditunjukan dengan warna merah, kuning, atau jingga (Asih, 2023).

#### **4.4 Uji Alkaloid**

Sebanyak 0,5 gram ekstrak ditambahkan dengan 1 mL HCl 2N dan 9 mL akuades, kemudian dipanaskan selama 2 menit, didinginkan, dan disaring. Filtrat ditambahkan 2 tetes pereaksi Dragendorf akan memberikan hasil positif dengan terbentuknya endapan jingga (Dewi *et al.*, 2021).

### **6. Kadar Air Ekstrak**

Bersihkan tabung penerima dan pendingin dengan asam pencuci, bilas dengan air, kemudian keringkan dalam lemari pengering. Timbang saksama sejumlah bahan yang diperkirakan mengandung 1 sampai 4 mL air, masukkan ke dalam labu kering. Jika zat berupa pasta, timbang dalam sehelai lembaran logam dengan ukuran yang sesuai dengan leher labu. Untuk zat yang dapat menyebabkan gejolak mendadak saat mendidih, tambahkan batu didih secukupnya. Masukkan lebih kurang 200 mL toluen jenuh air ke dalam labu, pasang rangkaian alat. Masukkan toluen jenuh air ke dalam tabung penerima melalui pendingin sampai leher alat penampung. Panaskan labu hati-hati selama 15 menit. Setelah toluen mulai mendidih, atur penyulingan dengan kecepatan lebih kurang 2 tetes tiap detik, hingga sebagian besar air tersuling, kemudian naikkan kecepatan penyulingan hingga 4 tetes tiap detik. Setelah semua air tersuling, bagian dalam pendingin dicuci dengan toluen jenuh air, sambil dibersihkan dengan sikat tabung yang disambungkan pada sebuah kawat tembaga dan telah dibasahi dengan toluen jenuh air. Lanjutkan penyulingan selama 5 menit. Dinginkan tabung penerima hingga suhu ruang. Jika ada tetes air yang melekat, gosok tabung pendingin dan tabung penerima dengan karet yang diikatkan pada sebuah kawat tembaga dan dibasahi dengan toluen jenuh air hingga tetesan air turun.

Baca volume air setelah air dan toluen memisah sempurna. Kadar air dihitung dalam % v/b (Kemenkes RI, 2017).

## **7. Formula *facial wash gel* ekstrak etanol daun beluntas**

Penelitian pembuatan *facial wash gel* dengan bahan aktif ekstrak etanol daun beluntas dan variasi *gelling agent* HPMC K15M dibuat dalam tiga formula. Berikut untuk rancangan formulanya terlihat pada tabel 1.

**Tabel 1 Formula *facial wash gel* ekstrak etanol daun beluntas (*Pluchea indica L.*)**

<b>Nama zat</b>	<b>kegunaan</b>	<b>F1(%)</b>	<b>F2(%)</b>	<b>F3(%)</b>
Ekstrak daun beluntas	Zat aktif	15	15	15
Gliserin	Emolien	4	4	4
Propilenglikol	Kosolven	15	15	15
HPMC K15M	<i>Gelling agent</i>	0,5	1	1,5
TEA	Agen pengalkali	1,5	1,5	1,5
SLS	Surfaktan	1	1	1
DMDM hydantoin	Pengawet	0,5	0,5	0,5
<i>fragrance</i>	Pengaroma	qs	qs	qs
Aquadest	Pelarut	Ad 100	Ad 100	Ad 100

**Keterangan:**

F1 : Formula *facial wash gel* ekstrak daun beluntas yang mengandung HPMC K15M 0,5%

F2 : Formula *facial wash gel* ekstrak daun beluntas yang mengandung HPMC K15M 1%

F3 : Formula *facial wash gel* ekstrak daun beluntas yang mengandung HPMC K15M 1,5 %

## **8. Pembuatan *facial wash gel* ekstrak etanol daun beluntas**

Pembuatan sediaan *facial wash gel* diawali dengan mengembangkan HPMC K15M menggunakan 20 mL aquadest yang telah dipanaskan hingga mengembang, kemudian ditambahkan TEA secara bertahap hingga terbentuk massa gel (massa I). Larutkan sodium lauryl sulfate dengan 20 ml aquadest diatas *water bath* tambahkan DMDM hydantoin dan gliserin, kemudian diaduk hingga tercampur rata (massa II). Campurkan massa I dan massa II hingga homogen. Kemudian, larutkan ekstrak daun beluntas dengan propilenglikol dan tambahkan parfum ke dalam campuran tersebut, aduk kembali hingga tercampur. Tambahkan sisa air setelah itu dihomogenkan, dan masukkan sediaan ke dalam wadah.

## 9. Pengujian mutu fisik *facial wash gel* ekstrak etanol daun beluntas

### 7.1. Uji organoleptis

Pengujian dilakukan dengan pengamatan terhadap sediaan secara fisik meliputi warna, bentuk dan bau menggunakan panca indra dari sediaan yang telah dibuat. Pengujian organoleptis dilakukan dengan 3 kali replikasi (Caesa Anjarini *et al.*, 2023).

### 7.2 Uji homogenitas.

Pengujian homogenitas dilakukan dengan mengoleskan sediaan sebanyak 0,5 g sampel pada kaca transparan atau kaca objek, kemudian diamati apakah terdapat partikel-partikel dan tidak terlihat adanya butiran kasar. Pengujian homogenitas dilakukan dengan 3 kali pengujian (Irawan *et al.*, 2023).

### 7.3 Uji pH.

Pengujian pH dilakukan dengan menggunakan pH meter pada suhu ruang. Penggunaan aquadest digunakan untuk mengkalibrasi pH meter lalu dicelupkan beberapa saat ke dalam sediaan *facial wash* dan ditunggu hingga alat menunjukkan pH stabil. Sabun wajah cair secara umum memiliki pH yang berada dalam rentang pH balance kulit, yaitu 4,5-6,5 (Marhaba *et al.*, 2021).

### 7.4 Uji Daya Sebar

Pengujian daya sebar dilakukan menggunakan alat *extensometer* yang terdiri dari sepasang cawan petri, anak timbang gram, penggaris, dan stopwatch. Pada uji ini, sebanyak 0,5 gram sediaan *facial wash gel* ditempatkan di tengah alat *extensometer*, lalu penutup kaca diletakkan di atasnya selama 1 menit. Diameter sebaran yang terbentuk diukur dengan mengambil beberapa sisi diameter. Selanjutnya, pemberat ditambahkan secara bertahap, yaitu 50 gram, 100 gram, dan 150 gram menggunakan anak timbang. Setiap kali pemberat ditambahkan, diamati selama 1 menit, dan kemudian dicatat diameter sebaran sediaan. Pengujian ini dilakukan dengan 3 kali replikasi. Uji daya sebar yang memenuhi SNI No. 06-2588 yaitu sebesar 5-7 cm (Hasriyani *et al.*, 2022). Pengujian dilakukan 3 kali replikasi.

### 7.5 Uji Viskositas.

Pengujian viskositas dilakukan menggunakan alat *Viscometer Brookfield* (DV2T). Sediaan *facial wash* dituang ke dalam wadah dengan volume 100 mL, lalu pasangkan spindle nomor 4 lalu atur kecepatan putaran menjadi 50 rpm. Petunjuk skala menunjukan

angka yang tetap, pengukuran dianggap selesai (Hasriyani *et al.*, 2022). Untuk memenuhi standar SNI sediaan *facial wash* harus memiliki nilai viskositas sebesar 500–20.000 cPs (Caesa Anjarini *et al.*, 2023). Pengujian dilakukan 3 kali replikasi.

### **7.6 Uji Daya Busa.**

Sediaan *facial wash* ditimbang sebanyak 1 g, setelah itu dimasukkan kedalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan *aquadest* sampai 10 ml. Dikocok dengan membolak-balikkan tabung reaksi, lalu diukur tinggi busa yang dihasilkan. Pembentukan busa dihitung dengan mengukur tinggi busa dan stabilitas busa dengan didiamkan selama 5 menit kemudian diukur tinggi busa ketika busa mulai hilang (Yuniarsih *et al.*, 2020). Pengujian dilakukan 3 kali replikasi.

### **7.7 Uji Daya Lekat**

Uji daya lekat dilakukan dengan cara 0,5 g *facial wash gel* diletakkan diatas dua objek glass yang telah ditentukan, kemudian dicatat waktu yang dibutuhkan beban tersebut untuk memisah kedua kaca tersebut (Adriana *et al.*, 2022). Pengujian dilakukan 3 kali replikasi.

### **7.8 Uji Stabilitas Fisik**

Uji stabilitas sediaan *facial wash gel* dilakukan menggunakan metode *cycling Test*. Pengujian dilakukan dengan cara menyimpan sediaan *facial wash gel* eksrak etanol daun beluntas pada lemari pendingin dengan suhu 4°C selama 24 jam, kemudian dipindahkan ke dalam lemari pengering dengan suhu 40°C selama 24 jam (satu siklus). Kemudian untuk memperjelas perubahan yang terjadi dilakukan pengamatan pada hari ke 12 hari (6 siklus) dengan menggunakan parameter uji yaitu dilakukannya evaluasi fisik sediaan meliputi organoleptis, pH, daya sebar, daya lekat, homogenitas dan viskositas (Wahidah *et al.*, 2024).

### E. Analisis Hasil

Data yang diperoleh dianalisis secara teoritis dan secara statistik. Analisis secara teoritis dengan membandingkan hasil dengan persyaratan pada pustaka. Analisis statistic menggunakan program SPSS versi 29 dengan menguji data terdistribusi normal atau tidak menggunakan metode *shapiro wilk*. Apabila data terdistribusi normal maka dianalisis menggunakan metode *oneway anova* dengan tingkat kepercayaan 95% dan dilanjutkan dengan uji *Post Hoc Least Significance Difference Test* (LSD). Selanjunya, analisis data dilakukan dengan membandingkan uji sebelum dan sesudah stabilitas untuk mengetahui signifikan perbedaan dengan uji *Paired T-Test*.