

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Desain Penelitian

Penelitian ini menggunakan desain eksperimental laboratorium dengan metode formulasi dan uji karakteristik fisik *facial wash* gel dari ekstrak etanol daun sirsak (*Annona muricata* L.) pada tiga variasi basis *gelling agent* (HPMC, Carbopol, dan Xanthan gum). Data hasil uji karakteristik berupa organoleptis, pH, homogenitas, daya sebar, daya lekat, viskositas, tinggi busa, stabilitas, iritasi dan hedonik dianalisis secara deskriptif untuk mengetahui formulasi terbaik.

3.2 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan pada bulan April-Juli 2026 yang bertempat di Laboratorium Kimia Terpadu dan Laboratorium Farmasetika & Teknologi Sediaan Farmasi Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Panti Waluya Malang.

3.3 Bahan dan Alat

3.3.1 Bahan

Ekstrak Daun Sirsak, Gliserin, HPMC, Carbopol, Xanthan Gum, *Sodium Lauryl Ether Sulfate* (SLES), Propilen glikol, Methylparaben, Propilparaben, Na₂EDTA, Fregrance, Aquadest.

3.3.2 Alat

Bejana maserasi, batang pengaduk, cawan penguap, penangas uap, timbangan analitik, mortir dan stamper, serbet dan tissue, timbangan dan anak timbangan, gelas ukur, kertas perkamen, sendok tanduk, sudip, beaker glass, gunting, rotary evaporator IKA RV10, pH meter PH-208 LT LUTRON, objek glass, kaca berskala, petridish dan viskometer rotary SNB-2.

3.4 Populasi

Populasi dalam penelitian ini adalah daun sirsak (*Annona muricata* L.) yang diperoleh dari desa Arjosari, Kec. Kalipare Kabupaten Malang, Jawa Timur.

3.5 Identifikasi Variabel Penelitian

3.5.1 Variabel Bebas

Variasi basis *gelling agent* ekstrak etanol daun sirsak (*Annona muricata* L.) yang digunakan dalam formulasi sediaan facial wash gel, yaitu HPMC 2%, carbopol 0,75%, xanthan gum 0,7% .

3.5.2 Variabel Terikat

Karakteristik sediaan *facial wash gel* yang dihasilkan dari uji organoleptis, homogenitas, pH, viskositas, daya sebar, daya lekat, tinggi busa, stabilitas penyimpanan, iritasi dan hedonik.

3.6 Definisi Operasional Variabel Penelitian

Tabel 3. 1 Definisi operasional variabel penelitian

Variabel	Definisi	Alat Ukur	Skala Ukur
Daun Sirsak (<i>Annona muricata</i> Linn)	Daun sirsak (<i>Annona muricata</i> Linn) digunakan sebagai bahan utama karena mengandung senyawa antioksidan dan flavonoid yang berperan sebagai antibakteri. Daun yang digunakan masih segar tanpa penyakit, hijau mengkilap, tidak terkontaminasi zat kimia, dipetik nomor 3-5 dari pangkal batang.	Visual (warna, bau, serta bentuk fisik)	Rasio
Ekstrak daun sirsak (<i>Annona muricata</i> Linn)	Proses penarikan senyawa aktif dari serbuk simplisia daun sirsak dengan metode maserasi menggunakan pelarut etanol 70%. Kemudian dilakukan	Metode ekstraksi dengan pengamatan	Rasio

	pemekatan menggunakan alat rotary evaporator , di water bath dan mendapati hasil ekstrak kental , warna coklat hingga kehitaman, serta memiliki aroma khas.	visual ekstrak	
<i>Facial Wash gel</i>	<i>Facial wash</i> adalah sediaan kosmetik pembersih wajah yang diformulasikan dalam bentuk gel.	Dilakukan dengan proses formulasi dengan variasi basis <i>gelling agent</i> .	Rasio
Uji karakteristik sediaan <i>facial wash gel</i>	Serangkaian pengujian dilakukan untuk menjamin stabilitas, keamanan, serta kenyamanan saat digunakan, yang meliputi uji organoleptik, homogenitas , pH, viskositas, daya lekat, daya sebar, tinggi busa, stabilitas, iritasi dan hedonik	Metode pengukuran karakteristik sediaan gel	Rasio
Panelis uji iritasi	Panelis uji iritasi adalah individu dewasa dengan kondisi kulit sehat yang bersedia mengikuti penelitian dan menandatangani informed consent. Panelis tidak memiliki riwayat alergi terhadap bahan kosmetik, tidak sedang mengalami penyakit kulit, luka,	Pengamatan reaksi kulit.	Ordinal

	atau iritasi pada area yang diuji, serta tidak menggunakan obat atau produk topikal yang dapat memengaruhi hasil pengujian.		
Panelis uji hedonik	Panelis uji hedonik adalah individu dewasa yang bersedia mengikuti penelitian dan memberikan penilaian terhadap sediaan <i>facial wash gel</i> . Panelis tidak memiliki gangguan penciuman atau gangguan kulit yang dapat memengaruhi penilaian, serta merupakan pengguna atau pernah menggunakan produk pembersih wajah. Jumlah panelis yang digunakan sebanyak ± 20 orang.	Kuesioner penilaian panelis.	Ordinal

3.7 Prosedur Kerja

3.7.1 Determinasi Tanaman

Tanaman yang akan diteliti perlu melalui tahap determinasi sebelum dikumpulkan sebagai sampel. Kunci determinasi merupakan pedoman yang digunakan untuk mengidentifikasi spesies tumbuhan berdasarkan ciri-ciri morfologi khas yang membedakannya dari tumbuhan lain, sehingga dapat meminimalkan kesalahan dalam pengambilan bahan penelitian. Proses determinasi daun sirsak (*Annona muricata* L.) dilaksanakan di UPT Laboratorium Herbal Materia Medica Batu, kota Malang, Jawa Timur .

3.7.2 Pembuatan Simplisia

Daun sirsak (*Annona muricata* L.) segar dipetik dari tanaman yang sehat dan bebas hama. Daun yang diperoleh kemudian dilakukan sortasi basah untuk memisahkan bagian yang rusak atau terkontaminasi kotoran. Selanjutnya, daun dicuci dengan air mengalir hingga bersih dan ditiriskan. Daun yang telah bersih dipotong kecil-kecil untuk memperluas permukaan, kemudian dikeringkan dengan cara menggunakan oven pada suhu 50°C hingga diperoleh daun yang benar-benar kering. Setelah proses pengeringan, dilakukan sortasi kering, kemudian daun digiling menggunakan blender hingga menjadi serbuk. Serbuk simplisia diayak menggunakan ayakan mesh 60 dan disimpan dalam wadah tertutup rapat, terlindung dari cahaya dan kelembaban hingga digunakan untuk proses ekstraksi.

3.7.3 Ekstraksi

Menimbang serbuk simplisia 300 g, kemudian dimasukkan ke dalam wadah maserasi/toples kaca. Pelarut alkohol 70% ditambahkan dengan perbandingan 1:5 sebanyak 1,5 L, lalu wadah ditutup rapat dan dibiarkan pada suhu ruang selama 3 × 24 jam sambil sesekali diaduk. Setelah proses maserasi selesai, campuran disaring menggunakan kain saring untuk memisahkan filtrat dan ampas. Seluruh filtrat yang diperoleh diuapkan menggunakan rotary evaporator atau water bath pada suhu 60°C hingga diperoleh ekstrak kental. Ekstrak yang dihasilkan disimpan dalam wadah tertutup rapat dan terlindung dari cahaya sampai digunakan dalam pembuatan sediaan *facial wash gel*.

3.7.4 Rancangan Formula

Tabel 3. 2 Rancangan Formula *Facial Wash Gel*

Bahan	F1	F2	F3	Fungsi
Ekstrak daun sirsak	2 g	2 g	2 g	Zat aktif
Gliserin	3 g	3 g	3 g	Humektan
HPMC	2 g	-	-	<i>Gelling agent</i>

Carbopol	-	0,75 g	-	<i>Gelling agent</i>
Xanthan gum	-	-	0,7 g	<i>Gelling agent</i>
<i>Sodium lauryl ether sulfate (SLES)</i>	5 g	5 g	5 g	Surfaktan
Propilenglikol	10 g	10 g	10 g	Humektan
Methyl paraben	0,3 g	0,3 g	0,3 g	Pengawet
Propil paraben	0,05 g	0,05 g	0,05 g	Pengawet
Na ₂ EDTA	0,05 g	0,05 g	0,05 g	<i>Chelating agent</i>
Fragrance lavender	qs	qs	qs	Pewangi
Aquadest	ad 100 ml	ad 100 ml	ad 100 ml	Pelarut

Keterangan :

F1 : Sediaan yang menggunakan *gelling agent* HPMC

F2 : Sediaan yang menggunakan *gelling agent* Carbopol

F3 : Sediaan yang menggunakan *gelling agent* Xanthan Gum

3.7.5 Prosedur Kerja Sediaan *Facial Wash Gel*

A. Prosedur kerja sediaan *facial wash formula 1 (F1)*

1. Timbang Propilenglikol 10 g dan timbang gliserin 3 g di masukan ke dalam mortir.
2. Timbang 2 g HPMC, dimasukan ke dalam mortir yang sudah berisikan propilenglikol dan gliserin, aduk ad larut.
3. Ditambahkan *aquadest* hangat 30 ml, sedikit demi sedikit di tambahkan ke mortir sambil di aduk kuat, hingga membentuk gel.
4. Ditimbang methylparaben 0,3 g , propilparaben 0,05 g dan Na₂EDTA 0,05 g kemudian semua di masukan ke *beaker glass* dan ditambahkan *aquadest*

10 ml hingga larut. Kemudian dimasukkan kedalam mortir yang sudah terbentuk basis gel, di aduk ad homogen.

5. Ditimbang SLES 5 g , dimasukkan ke dalam *beaker glass* dan ditambahkan aquadest 20 ml sambil di panaskan diatas *hotplate* hingga larut sempurna. Dimasukan ke mortir dan di aduk perlahan hingga homogen.
6. Ditimbang ekstrak daun sirsak sebanyak 2 g , kemudian dilarutkan ke dalam *beaker glass* menggunakan *aquadest*, dimasukkan ke dalam mortir aduk ad homogen dan perlahan.
7. Tambahkan *fragrance* secukupnya.
8. Tambahkan *aquadest* hingga volume akhir 100 mL (ad 100 mL) dan aduk hingga terbentuk sediaan *facial wash gel* yang homogen.

B. Prosedur kerja sediaan *facial wash* formula 2 (F2)

1. Timbang 0,75 g carbopol, kemudian disperse dalam 10 mL aquadest panas, kemudian di diamkan selama 15 menit, kemudian diaduk hingga terdispersi merata membentuk gel. Tambahkan TEA 1 g diaduk ad homogen.
2. Timbang gliserin 3 g dan propilenglikol 10 g, dimasukkan ke mortir kecil.
3. Timbang methylparaben 0,3 g dan propilparaben 0,05 g, kemudian dimasukkan ke mortir yang sudah berisikan gliserin dan propilenglikol, kemudian di aduk ad larut. Dimasukan ke mortir yang sudah berisi basis gel, aduk ad homogen.
4. Ditimbang SLES 5 g , masukan ke *beaker glass* dan ditambahkan aquadest 10 ml, kemudian dipanaskan di atas *hotplate* hingga larut sempurna. Ditambahkan Na₂EDTA 0,05 g, aduk hingga larut. Kemudian dimasukkan ke mortir, aduk ad homogen dan perlahan.
5. Ditimbang ekstrak daun sirsak sebanyak 2 g , dimasukkan ke *beaker glass* di tambah *aquadest* 5 ml untuk melarutkan ekstrak. Kemudian di masukan ke dalam mortir, aduk ad homogen.
6. Tambahkan *fragrance* secukupnya.
7. Tambahkan *aquadest* hingga volume akhir 100 mL (ad 100 mL) dan aduk hingga terbentuk sediaan *facial wash gel* yang homogen

C. Prosedur kerja sediaan *facial wash* formula 3 (F3)

1. Timbang Propilenglikol 10 g dan timbang gliserin 3 g di masukan ke dalam mortir.
2. Timbang 0,7 g xanthan gum, dimasukan ke dalam mortir yang sudah berisikan propilenglikol dan gliserin, aduk ad larut.
3. Ditambahkan aquadest hangat 30 ml, sedikit demi sedikit di tambahkan ke mortir sambil di aduk , hingga membentuk gel.
4. Ditimbang methylparaben 0,3 g , propilparaben 0,05 g dan Na₂EDTA 0,05 g kemudian semua di masukan ke *beaker glass* dan ditambahkan *aquadest* 10 ml hingga larut. Kemudian dimasukan kedalam mortir yang sudah terbentuk basis gel, di aduk ad homogen.
5. Ditimbang SLES 5 g , dimasukan ke dalam *beaker glass* dan ditambahkan *aquadest* 20 ml sambil di panaskan diatas hotplate hingga larut sempurna. Dimasukan ke mortir dan di aduk perlahan hingga homogen.
6. Ditimbang ekstrak daun sirsak sebanyak 2 g , kemudian dilarutkan ke dalam *beaker glass* menggunakan *aquadest*, dimasukan ke dalam mortir aduk ad homogen dan perlahan.
7. Tambahkan *fragrance* secukupnya.
8. Tambahkan *aquadest* hingga volume akhir 100 mL (ad 100 mL) dan aduk hingga terbentuk sediaan *facial wash gel* yang homogen.

3.8 Pengujian Karakteristik gel

3.8.1 Uji Organoleptik

Pemeriksaan organoleptis pada sediaan gel dilakukan melalui pengamatan langsung terhadap bentuk, warna, dan bau yang dihasilkan (Lubapepita Triananda & Wijaya, 2021).

3.8.2 Uji Homogenitas

Uji homogenitas sediaan gel dilakukan dengan cara mengoleskan gel pada permukaan kaca, kemudian diamati adanya bagian yang tidak tercampur merata.

Sediaan dinyatakan homogen apabila tidak ditemukan butiran kasar pada hasil pengamatan (Lestari, 2024).

3.8.3 Uji pH

Pengukuran pH sediaan gel dilakukan menggunakan pH meter dengan cara mencelupkan elektroda ke dalam larutan sampel. Sampel yang digunakan sebanyak 0,5 g gel yang sebelumnya telah dilarutkan dalam 50 mL aquades. Setelah elektroda terendam, hasil pembacaan pH diamati dan dicatat. Dilakukan 3 kali repetisi. Nilai pH yang sesuai dan aman untuk kulit berada pada kisaran 4,5–6,5 (Sawiji & Kumanireng, 2025).

3.8.4 Uji Viskositas

Uji viskositas dilakukan menggunakan Viscometer Brookfield dengan cara menakar 100 mL sediaan gel, kemudian dimasukkan ke dalam wadah berbentuk silinder. Selanjutnya dipasang spindle nomor 4 hingga seluruh bagian spindle terendam dalam sampel. Alat dinyalakan dan diatur pada kecepatan 30 rpm, serta dipastikan rotor berputar dengan baik. Skala yang ditunjukkan oleh jarum pada viskometer diamati, kemudian nilai yang terbaca dicatat dan dikalikan dengan faktor 100. Berdasarkan Badan Standardisasi Nasional SNI No. 16-4380-1996, rentang viskositas gel yang memenuhi persyaratan adalah 3.000–50.000 cPs (Wahidah *et al.*, 2024).

3.8.5 Uji Daya Lekat

Sebanyak 0,5 g gel ditimbang dan ditempatkan di bagian tengah kaca bulat atau cawan petri, kemudian ditutup dengan penutupnya. Selanjutnya, beban seberat 1 kg diletakkan di atas kaca selama 5 menit. Waktu daya lekat gel kemudian dicatat. Gel dikatakan memiliki daya lekat yang baik apabila waktu lekatnya lebih dari 4 detik. Semakin lama gel menempel, maka semakin besar kemungkinan zat aktif terabsorpsi sehingga efek terapi yang dihasilkan menjadi lebih optimal. Pengujian dilakukan 3 kali repetisi. Sediaan topikal dinyatakan memiliki daya lekat yang baik apabila waktu lekatnya lebih dari 4 detik. (Adriana *et al.*, 2022)

3.8.6 Uji Daya Sebar

Uji daya sebar dilakukan dengan cara menempatkan sebanyak 1 gram sediaan gel di antara dua kaca bulat. Selanjutnya, gel diberi beban tambahan secara bertahap setiap 1 menit, dimulai dari 50 gram hingga mencapai 200 gram. Setelah setiap penambahan beban, diameter penyebaran gel diukur untuk mengetahui pengaruh peningkatan beban terhadap luas sebar sediaan. Pengujian dilakukan 3 kali. Adapun kriteria daya sebar yang baik untuk sediaan semi padat topikal adalah berada pada rentang 5–7 cm (Reinard *et al.*, 2022).

3.8.7 Uji Tinggi Busa

Uji tinggi busa pada *facial wash gel* dilakukan untuk menilai stabilitas busa yang dihasilkan. Pengujian dilakukan dengan menimbang 1 g sediaan, kemudian dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan ditambahkan aquadest sebanyak 10 mL. Selanjutnya, tabung reaksi dikocok dengan cara dibolak-balik, lalu tinggi busa yang terbentuk diukur. Penilaian kemampuan pembentukan busa dilakukan dengan mengukur tinggi busa awal, kemudian sediaan didiamkan selama 5 menit dan kembali diukur tinggi busa yang dihasilkan. Pengujian dilakukan 3 kali. Standart tinggi busa yang dihasilkan oleh sabun cair sebaiknya berada dalam rentang 13–220 mm (Nurmalasari & A, 2019).

3.8.8 Uji Stabilitas

Pengujian dilakukan dengan menyimpan sediaan secara bergantian pada suhu rendah (4°C) dan suhu tinggi (40°C). Setiap tahap penyimpanan berlangsung selama 24 jam, kemudian diulang sebanyak enam siklus untuk mengevaluasi stabilitas sediaan terhadap perubahan suhu ekstrem (Thalib *et al.*, 2026). Pengamatan terhadap perubahan organoleptik dilakukan pada setiap siklus pengujian yang berlangsung hingga enam siklus untuk mengevaluasi kestabilan sediaan selama proses penyimpanan (Rasyadi, 2018).

3.8.9 Uji Hedonik

Uji hedonik dilaksanakan dengan melibatkan 20 orang panelis yang diminta memberikan penilaian secara subjektif terhadap sediaan *facial wash gel* yang

mengandung ekstrak daun sirsak. Penilaian dilakukan untuk mengetahui tingkat kesukaan atau ketidaksukaan panelis terhadap produk. Pengukuran menggunakan skala hedonik dengan rentang nilai 1–5. Parameter yang diamati dalam pengujian ini meliputi karakteristik warna, aroma, dan tekstur dari sediaan gel tersebut (Ulinnuha, 2024). Skala hedonik yang terdiri atas kategori sangat suka, suka, agak tidak suka, tidak suka, dan sangat tidak suka (Aprilia *et al.*, 2023).

3.8.10 Uji Iritasi

Uji iritasi dilakukan dengan metode *open patch test*, dengan melibatkan 12 panelis. Sediaan *facial wash* dioleskan pada kulit belakang telinga, kemudian dibiarkan dalam keadaan terbuka selama sekitar 30 menit. Selanjutnya dilakukan observasi terhadap adanya reaksi iritasi pada kulit, yang ditandai dengan munculnya kemerahan, rasa gatal atau alergi, pembengkakan, maupun sensasi perih pada area aplikasi (Hernawati *et al.*, 2024).

3.8.11 Uji Etik

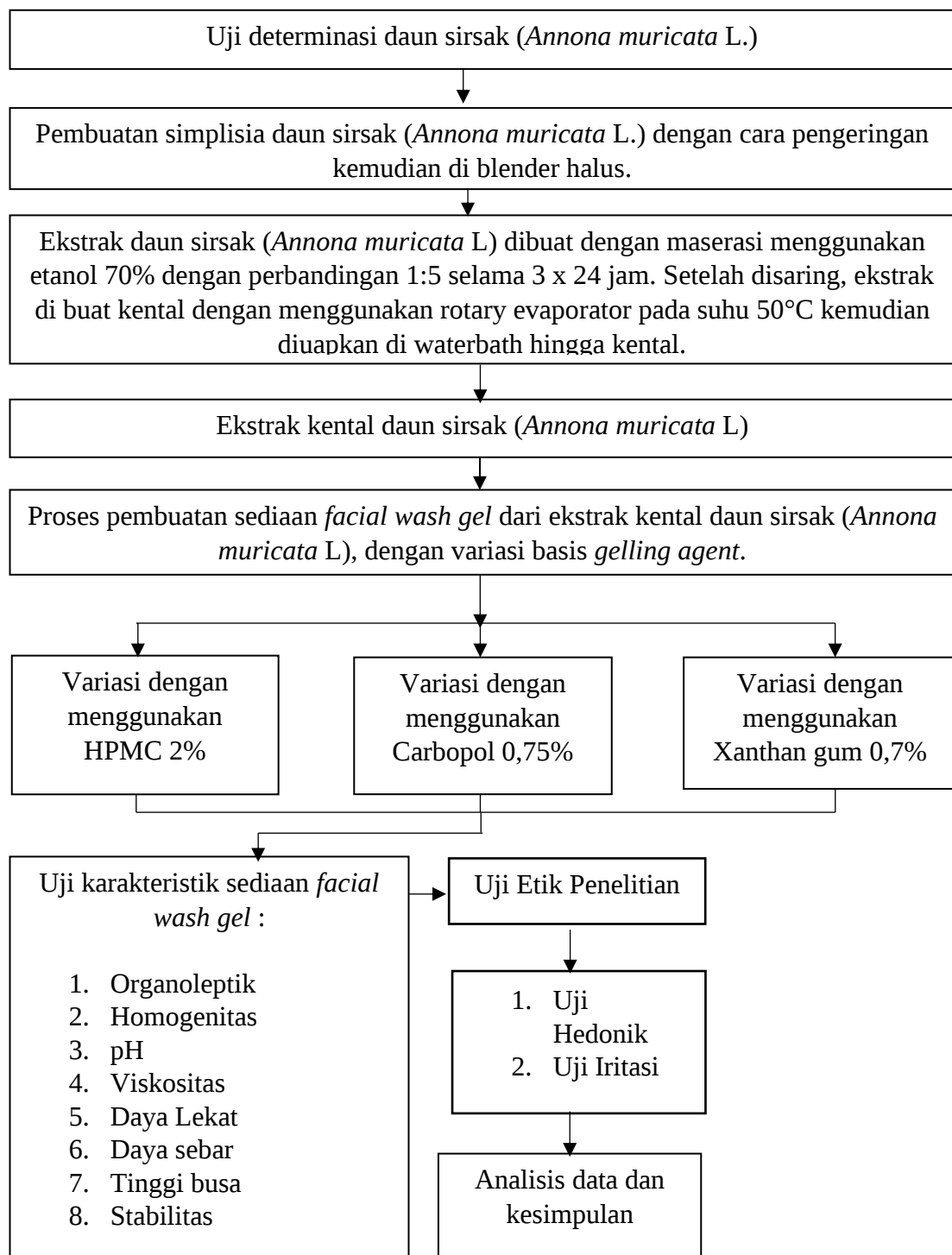
Penelitian yang melibatkan responden manusia harus terlebih dahulu memperoleh persetujuan dari Komisi Etik Penelitian Kesehatan Universitas Hafshawaty Zainul Hasan, sebelum pelaksanaan penelitian. Setelah mendapatkan persetujuan etik, responden diberikan penjelasan mengenai tujuan penelitian, prosedur penelitian, serta kemungkinan risiko yang dapat terjadi selama pengujian. Responden yang bersedia mengikuti penelitian diminta menandatangani lembar persetujuan tertulis (*informed consent*) sebagai bentuk persetujuan secara sukarela.

3.9 Metode Analisis Data

Analisis data dilakukan menggunakan bantuan program SPSS versi 25 untuk mengetahui perbedaan signifikan parameter uji fisik dan uji hedonik sediaan *facial wash gel*. Sebelum menentukan uji hipotesis parameter fisik, dilakukan uji prasyarat yaitu uji normalitas Shapiro-Wilk dan uji homogenitas Levene. Apabila data berdistribusi normal dan homogen, digunakan metode parametrik *One Way ANOVA* dilanjutkan uji *Post Hoc Tukey* ($p < 0,05$), namun jika data tidak normal atau tidak homogen, digunakan uji alternatif Kruskal-Wallis. Sementara itu, data

uji hedonik (skala ordinal) dianalisis menggunakan uji non-parametrik *Friedman test*, yang jika menunjukkan hasil signifikan ($p < 0,05$) akan dilanjutkan dengan uji lanjut *Wilcoxon Signed-Rank*.

3.9 Kerangka Operasional



Gambar 3 1 Kerangka operasional