

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

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

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

Populasi yang digunakan pada metode ini adalah pasta gigi dengan ekstrak daun sirih yang dibuat dengan variasi konsentrasi gliserin sebagai humektan.

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

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah sediaan pasta gigi ekstrak daun sirih yang dibuat dengan variasi konsentrasi gliserin 20g, 30g, 40g

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

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

Variabel utama dalam penelitian ini adalah sediaan pasta gigi ekstrak daun sirih dengan variasi konsentrasi gliserin sebagai humektan.

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

Variabel bebas dalam penelitian ini gliserin yang konsentrasinya sengaja diubah-ubah untuk meneliti pengaruh terhadap variabel tergantung. Variabel bebas dalam penelitian ini adalah variasi konsentrasi gliserin.

Variabel tergantung merupakan variabel akibat dari variabel utama. Variabel tergantung pada penelitian ini adalah uji mutu fisik pasta gigi ekstrak daun sirih. Meliputi uji organoleptis, uji homogenitas, uji viskositas, dan uji pemeriksaan pH dari sediaan pasta gigi ekstrak daun sirih yang dibuat dalam tiga variasi konsentrasi konsentrasi gliserin.

Variabel terkendali ini adalah variabel yang mempengaruhi variabel tergantung. Variabel tergantung dalam penelitian ini adalah proses penggilingan, suhu pemanasan ekstrak kental, metode pengekstrakan,

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

Pertama, daun sirih adalah daun sirih segar yang didapatkan dari desa Banaran, Sambungmacan, Sragen, Jawa Tengah.

Kedua, ekstrak daun sirih adalah ekstrak etanol daun sirih yang didapatkan dari hasil maserasi dengan menggunakan larutan penyari etanol 70% kemudian dipekatkan dalam oven pada suhu 40°C hingga diperoleh ekstrak kental.

Ketiga, pasta gigi ekstrak daun sirih adalah sediaan semi padat yang dibuat dengan mencampurkan ekstrak daun sirih dengan

konsentrasi 3% dalam basis pasta gigi dengan variasi gliserin.

Keempat, gliserin yang akan digunakan untuk formula percobaan adalah variasi konsentrasi yaitu Formula I 20g, Formula II 30g, dan Formula III 40g.

Kelima, uji mutu fisik adalah pengujian mutu fisik yang meliputi uji pH, uji organoleptis, uji homogenitas,, uji viskositas, uji daya sebar dan uji daya lekat

### **C. Bahan dan Alat**

#### **1. Bahan**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah ekstrak daun sirih yang diperoleh dengan metode maserasi dengan menggunakan pelarut 70%. Bahan lain yang digunakan untuk pembuatan pasta gigi adalah Na CMC sebagai bahan pengikat, CaCO<sub>3</sub> membantu menghilangkan diskolorisasi pada gigi, gliserin sebagai pelembab, OMP sebagai pemberi aroma, Na Lauril sulfat sebagai detergent atau surfaktan, Nipagin dan Nipasol sebagai pengawet, aquadest sebagai pelarut.

#### **2. Alat**

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah seperangkat alat maserasi, mortir, stemper, timbangan listrik, ayakan no 60 mesh, corong, beaker glass, sendok tanduk, pastaas ukur, batang pengaduk, cawan porselin, pipet tetes, penangas air, viskositas tester,pH tester dan alat penunjang lain.

### **D. Jalannya Penelitian**

#### **1. Pengambilan Sampel dan Bahan**

Pengambilan sampel daun sirih diambil dari pasar yang bertempat di desa Banaran, kecamatan Sambungmacan, Sragen, Jawa Tengah.

Pengambilan bahan untuk formula pasta gigi diperoleh dari laboratorium 13 Universitas Setia Budi Surakarta.

#### **2. Pembuatan Serbuk Daun Sirih**

Daun sirih kering di giling dengan menggunakan gilingan yang ada di Universitas Setia Budi Surakarta. Penggilingan ini dilakukan agar mempermudah mengekstraksi. Lakukan sortasi dahulu sebelum daun sirih digiling agar tidak ada benda asing yang masuk. Setelah dihaluskan serbuk simplisia daun sirih di ayak dengan ayakan nomor 60 mesh, kemudian serbuk tersebut ditimbang untuk menghitung rendemen.

### 3. Identifikasi Serbuk Daun Sirih

**3.1. Organoleptis.** Uji organoleptis berupa uji bentuk, rasa, warna dan bau

**3.2. Susut Pengerinan.** menggunakan alat moisture balance yang nantinya 2 gram serbuk dimasukkan ke alat, kemudian ditunggu sampai konstan dan susut pengerinan dinyatakan dalam persen.

### 4. Pembuatan Ekstrak

Cara pembuatan ekstrak melalui metode maserasi menurut sediaan galenik dengan pelarut etanol 70% masing-masing sebanyak 300 gram serbuk daun sirih dimaserasi dengan etanol 70% sebanyak 2250 ml, sambil digojok sekali- kali selama 5 hari. Setelah berakhirnya maserasi disaring dengan kain flanel diperas dan cairan yang diperoleh dimasukan dalam beaker glass, ampas di bilas dengan pelarut etanol 70% sebanyak 750 ml saring dan masukan beaker glass. Kemudian dilanjutkan dengan menggunakan penangas air dengan suhu 40° C-50° C sampai diperoleh ekstrak kental dan hasilnya ditimbang untuk menghitung rendemen dan dilakukan uji sifat fisik ekstrak. kemudian ekstrak kental diuji susut pengerinan susut pengerinan dengan menggunakan alat moisture balance yang nantinya ekstrak kental dimasukkan ke alat, kemudian ditunggu sampai konstan dan susut pengerinan dinyatakan dalam persen.

### 5. Pemeriksaan Sifat Fisik Ekstrak Daun Sirih

Setelah dibuat ekstrak kental dari daun sirih hijau dengan menggunakan maserasi kemudian ekstrak kental tersebut dilakukan uji sifat fisik berupa

**5.1. Organoleptis.** Uji organoleptis berupa uji warna, rasa, bentuk, dan bau.

**5.2. Susut pengerinan.** Ekstrak sebanyak 2 g dimasukkan ke dalam krus porselin bertutup yang sebelumnya telah dipanaskan pada suhu 105°C selama 30 menit dan telah ditara. Krus dimasukkan ke dalam oven dalam keadaan tutup krus terbuka, keringkan pada suhu 105°C hingga bobot tetap, dinginkan dalam eksikator. Replikasi dilakukan sebanyak tiga kali kemudian dihitung persentasenya.

### 6. Identifikasi Kandungan Kimia ekstrak sirih

**6.1. Identifikasi flavonoid.** Ekstrak sirih ditambahkan serbuk magnesium (Mg) dan HCl pekat dan dikocok kuat dibiarkan

memisah. Reaksi positif ditunjukkan dengan yang warna sebelumnya hijau pekat berubah menjadi hijau muda.

**6.2. Identifikasi saponin.** Sebanyak 0,5 g ekstrak sirih dimasukkan kedalam tabung reaksi ditambahkan air panas dinginkan, kemudian dikocok 10 detik akan terbentuk buih stabil selama kurang dari 10 menit setinggi 1-10cm, dengan penambahan 1 tetes HCl 2N buih tidak hilang, maka menunjukkan hasil positif.

**6.3. Identifikasi tanin.** Ekstrak sirih ditambahkan aquadest dan FeCl<sub>3</sub> 1%, jika hasilnya positif maka akan dari semula bening menjadi hijau.

**6.4. Identifikasi fenol.** Ekstrak ditambahkan FeCl<sub>3</sub>, jika hasilnya positif maka akan berubah dari kuning kecoklatan menjadi hijau.

## 7. Rencana Formulasi Pembuatan Pasta Gigi

Formulasi dibuat dengan bobot 100 g pasta gigi daun sirih, menggunakan bahan pengikat Na CMC.

**Tabel 1. Rancangan Formulasi Pasta Gigi Daun Sirih (satuan%)**

No	Bahan	Konsentrasi		
		Formula 1	Formula 2	Formula 3
1	Ekstrak daun sirih	3	3	3
2	Na CMC	2	2	2
3	CaCO <sub>3</sub>	40	40	40
4	Gliserin	20	30	40
5	Na Lauril Sulfat	2	2	2
6	OMP	1 tetes	1 tetes	1 tetes
7	Metil Paraben	0,01	0,01	0,01
8	Propil Paraben	0,05	0,05	0,05
9	Aquadest	Ad 100	Ad 100	Ad 100

## **8. Pembuatan pasta gigi ekstrak daun sirih**

Pembuatan pasta gigi dimulai dengan pembuatan mucilago Na.CMC (campuran 1). Metil paraben dimasukkan ke dalam cawan yang berisi gliserin lalu aduk hingga homogen. Tambahkan propil paraben ke dalam campuran tersebut, aduk hingga homogen (campuran 2). Campuran 1 dimasukkan ke dalam mortar yang berisi kalsium karbonat, gerus hingga homogen. Ditambahkan ekstrak daun sirih. Gerus hingga homogen. Selanjutnya dimasukkan ke dalam lumpang tersebut secara berturut-turut dengan diselingi dengan penggerusan hingga homogen yaitu campuran 2, natrium lauril sulfat dan terakhir OMP. Hindari penggerusan yang berlebihan/ keras karena akan menyebabkan massa pasta gigi berbusa.

## **9. Pemeriksaan Uji Mutu Fisik Sediaan Pasta Gigi**

**9.1. Uji Organoleptis.** Uji organoleptik meliputi warna, bau, rasa, dan bentuk pasta gigi. Uji ini dilakukan dengan mendeskripsikan warna, bau, rasa, dan bentuk dari pasta gigi yang telah dibuat. Sediaan yang dibuat biasanya memiliki warna yang bagus, serta bau yang menyenangkan (Voight, 1994).

**9.2. Uji Homogenitas Pasta Gigi.** Masing-masing pasta gigi yang akan diuji dioleskan pada tiga buah objek glass untuk diamati homogenitasnya. Apabila tidak ada butiran- butiran kasar diatas ketiga objek glass tersebut maka pasta gigi yang diuji homogen (Voight, 1994).

**9.3. Uji Viskositas Pasta Gigi.** Cara kerja uji viskositas yaitu dengan menuangkan pasta gigi kedalam cup viskometer. Memilih psindel yang cocok, kemudian tekan power pada alat viskometer lihat jarum yang bergerak dan berhenti diangka berapa dan catat hasilnya (Voight, 1994).

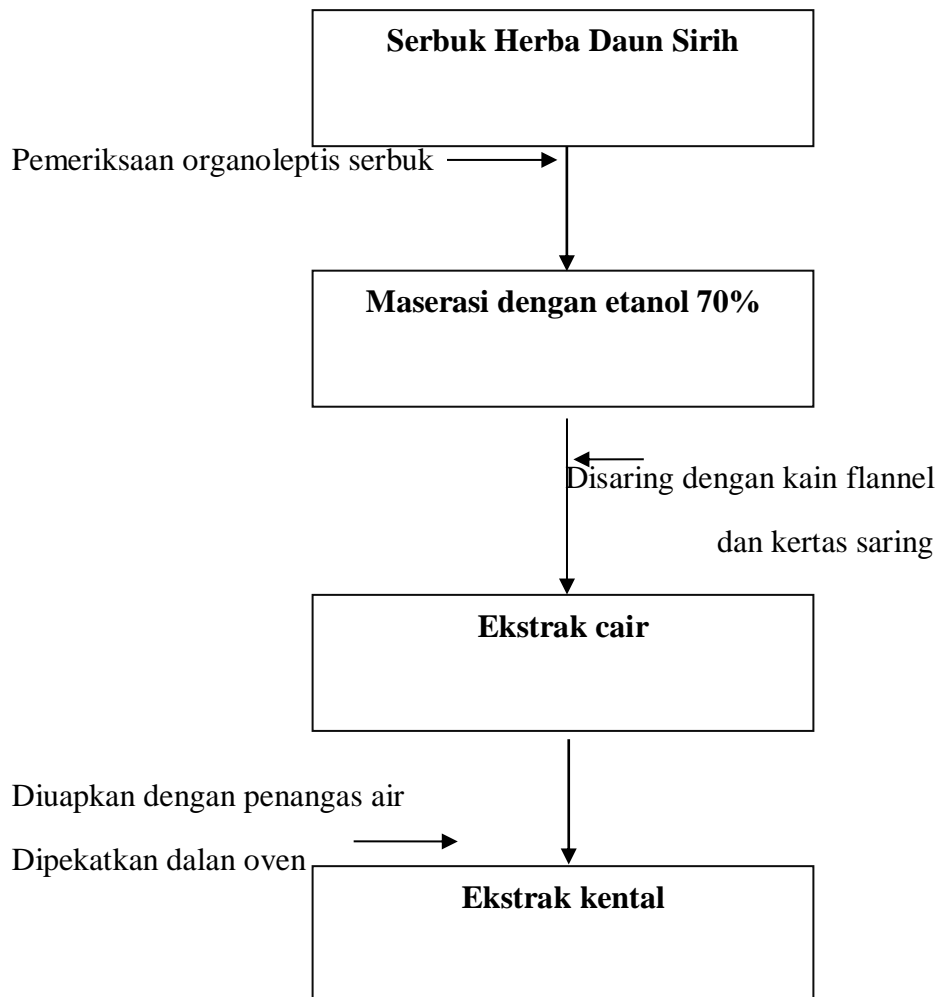
**9.4. Uji pH Pasta Gigi.** Pemeriksaan pH dilakukan dengan menggunakan pH stik yang dimasukkan kedalam sediaan pasta dan ditunggu beberapa saat sampai berubah warna. Untuk mengetahui besarnya pH, warna yang timbul pada pH stik dapat dilihat dengan pH indicator (Voight, 1994).

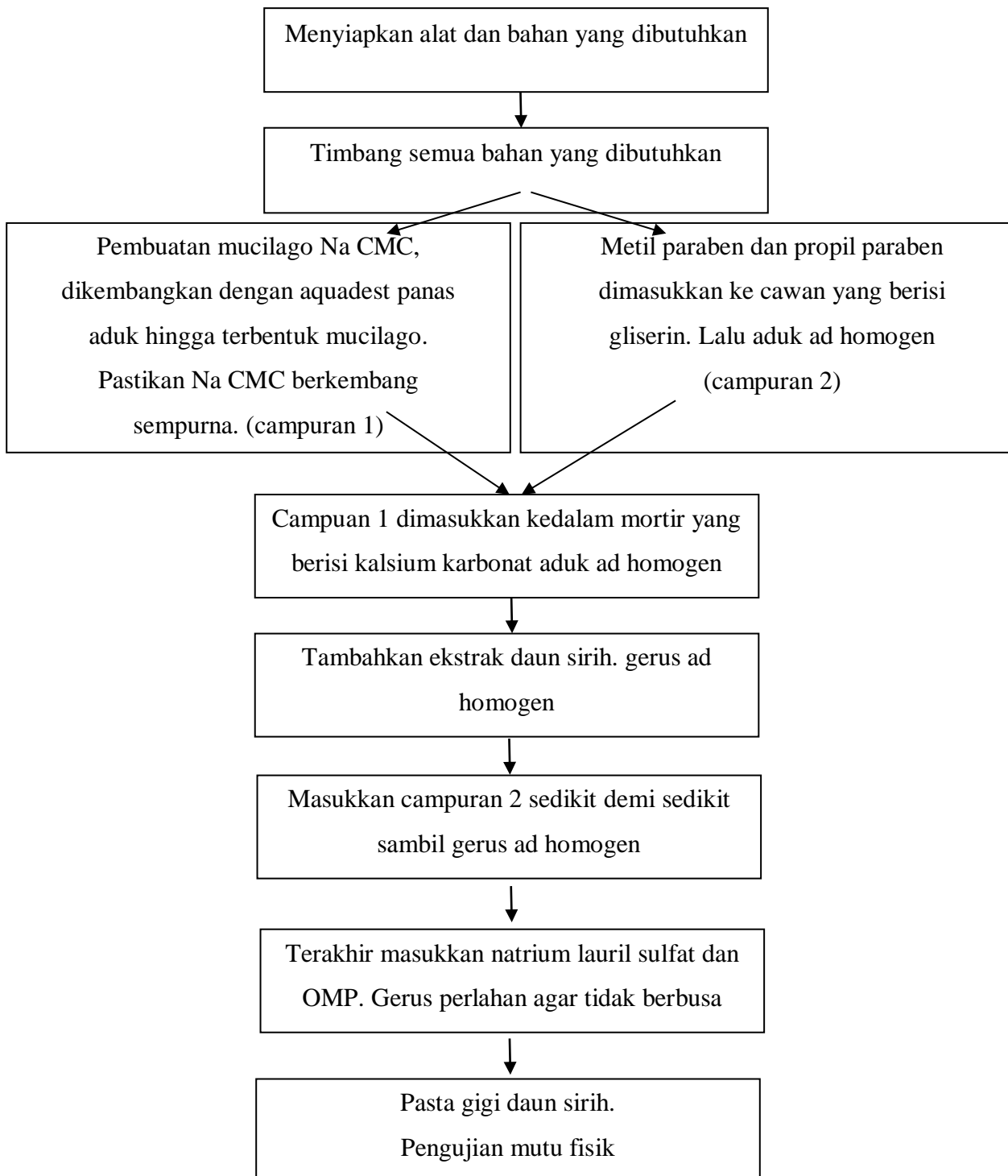
**9.5. Uji Daya Sebar Pasta Gigi.** Uji daya sebar dilakukan dengan cara sediaan pasta ditimbang sebanyak 0,5 gram, setelah itu diletakkan pasta tepat di bawah kaca bulat yang di bawahnya disertai dengan skala diameter, kemudian ditutup kaca lain yang telah ditimbang dan dibiarkan selama satu menit, setelah itu diukur diameter sebaranya (Dila, 2012).

**9.6. Uji Daya Lekat.** Uji daya lekat dilakukan dengan cara 0,5 gram pasta diletakkan di atas dua pastaas objek yang telah ditentukan, kemudian ditekan dengan beban 1 kg selama 5 menit. Setelah itu dipasang objek glass pada alat uji lalu ditambahkan beban 100 gram pada alat uji, kemudian dicatat waktu pelepasan dari pastaas objek (Dila, 2012).

#### **E. Metode Analisa**

Pasta gigi daun sirih dengan variasi konsentrasi gliserin di uji mutu fisik yang meliputi uji organoleptik, uji homogenitas, uji viskositas, uji daya sebar, uji daya lekat dan uji pemeriksaan pH. Data yang diperoleh dari hasil pengujian mutu fisik pasta gigi daun sirih dilakukan uji normalistas dan homogenitas yang kemudian dianalisis secara statistik menggunakan analysis of variance ( ANOVA ) one way digunakan untuk mengetahui adanya pengaruh variasi konsentrasi gliserin pada output.

**Skema Pembuatan Ekstrak Sirih****Gambar 3. Skema pembuatan ekstrak sirih**

**Skema proses pembuatan pasta gigi daun sirih****Gambar 4. Skema proses pembuatan pasta gigi daun sirih**