

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **A. Jenis Penelitian**

Jenis penelitian ini menggunakan metode eksperimental, karena merupakan penelitian untuk menentukan pengaruh variabel bebas terhadap variabel terikat (Jaedun, 2011).

Klasifikasi variabel :

1. Variabel bebas dalam penelitian ini adalah konsentrasi kombinasi emulgator tween 80 : span 80 FI (4,4:5,6%), FII (5,8:4,2%) dan FIII (7,2:2,8%) dengan nilai HLB masing-masing 9, 10,5 dan 12.
2. Variabel terikat dalam penelitian ini adalah organoleptis, homogenitas, pH, daya sebar, tipe krim, iritasi dan stabilitas krim.
3. Variabel terkontrol dalam penelitian ini adalah konsentrasi ekstrak, konsentrasi gliserin, konsentrasi adeps lanae, konsentrasi setil alkohol, konsentrasi metil paraben, konsentrasi propil paraben, konsentrasi aquadest dan kondisi percobaan.

#### **B. Alat dan Bahan**

##### **1. Alat**

Alat yang dibutuhkan dalam penelitian ini meliputi : pisau, kain hitam, timbangan analog, timbangan analitik (*Adam AFA-210 LC*), blender (*Phillips*), moisture balance, satu set alat maserasi, corong, evaporator rotary (*Heidolph*), cawan porselin, seperangkat alat gelas, steamper & mortir, waterbath (*Memmert*), pipet tetes, termometer, batang pengaduk,

kertas saring, kain flannel, kaca arloji, pH meter, anak timbangan, cawan patri, stopwatch, kulkas, kaca preparat, dan jangka sorong.

## **2. Bahan**

Bahan yang dibutuhkan pada penelitian ini adalah ekstrak kunyit putih, etanol 96% (*brataco*), tween 80 (*kualitas farmasetis*), span 80 (*kualitas farmasetis*), metil paraben (*SAP Chemicals*), propil paraben (*SAP Chemicals*), gliserin, adeps lanae, setil alkohol (*SAP Chemicals*), aquadest, logam magnesium, HCl Pekat, dan air suling.

## **C. Waktu dan Tempat**

Penelitian dilakukan pada bulan Juni – Juli 2021 di Laboratorium Farmasi Universitas Pekalongan.

## **D. Rancangan Penelitian**

### **1. Determinasi Tanaman**

Determinasi tanaman dilakukan di Laboratorium Biologi Fakultas Sains dan Teknologi Terapan Universitas Ahmad Dahlan, Yogyakarta.

### **2. Persiapan bahan**

Kunyit putih segar yang akan digunakan dicuci bersih dengan air mengalir lalu ditiriskan. Rimpang kunyit putih yang sudah bersih disortasi dan ditimbang. Selanjutnya rimpang diiris tipis-tipis, lalu dikeringkan dibawah sinar matahari selama 3 hari. Simplisia yang telah kering diblender menjadi serbuk kasar dan disimpan dalam wadah plastik tertutup dan dihitung susut pengeringannya (Bae, 2015).

### 3. Pembuatan ekstrak

Serbuk rimpang kunyit putih ditimbang sebanyak 900 gram dimaserasi menggunakan etanol 96% sebanyak 2.700 ml selama 3 x 24 jam. Hasil yang diperoleh kemudian disaring menggunakan kain flanel dengan bantuan corong dan selanjutnya disaring kembali dengan kertas saring. Penyaringan dilakukan untuk memisahkan antara ampas dengan filtrat. Setelah dimaserasi, filtrate yang didapat diuapkan menggunakan evaporator pada suhu 60°C. Hasil evaporasi yang diperoleh merupakan ekstrak kunyit putih kental yang digunakan sebagai bahan aktif yang ditambahkan pada krim (Bae, 2015).

### 4. Perhitungan rendeman

Rendeman dihitung dengan cara hasil akhir ekstrak maserasi dibagi dengan berat simplisia dikalikan 100% dengan rumus (Sani dkk., 2014).:

$$\text{Rendeman} = \frac{\text{berat ekstrak kental}}{\text{berat sampel simplisia}} \times 100\%$$

### 5. Identifikasi Senyawa flavonoid

Ditimbang ekstrak kental kunyit putih sebanyak 0,5 gram. Kemudian, dilarutkan dalam 5 ml etanol 96%. Larutan tersebut diambil 2 ml ditambahkan 0,1 gram serbuk Mg dan 10 tetes HCl pekat dari sisi tabung kemudian dikocok perlahan-lahan. Warna merah sampai jingga menunjukkan adanya senyawa flavonoid (Hanani, 2015).

## 6. Pembuatan krim

Tabel III. 1 Formulasi Krim Ekstrak Kunyit Putih

Bahan	Fungsi	F I (%)	F II (%)	F III (%)
Ekstrak Kunyit Putih	Zat aktif	2	2	2
Tween 80	Emulgator	4,4	5,8	7,2
Span 80	Emulgator	5,6	4,2	2,8
Metil Paraben	Pengawet	0,18	0,18	0,18
Propil Paraben	Pengawet	0,02	0,02	0,02
Gliserin	Humektan	20	20	20
Adeps Lanae	Basis krim	5	5	5
Setil Alkohol	Pengental	5	5	5
Aquadest	Pelarut	Ad 100	Ad 100	Ad 100
Jumlah Total Sediaan Krim dalam 1 formula			300 gram	

Disiapkan alat dan bahan. Dalam pembuatan emulsi terdapat dua fase, yaitu fase minyak dan fase air (Swastika, 2013). Fase minyak terdiri dari setil alkohol, adeps lanae, propil paraben, span 80. Fase air terdiri dari metil paraben, tween 80, aquadest, gliserin. Kedua fase tersebut dileburkan secara terpisah. Dileburkan fase minyak terlebih dahulu diatas penangas air pada suhu 70-80°C diaduk hingga homogen. Kemudian, dileburkan fase air dalam wadah yang berbeda diatas penangas air pada suhu 70-80°C, diaduk hingga homogen dan ditambahkan ekstrak kunyit putih ke dalam fase air. Fase minyak dan fase air dicampurkan sedikit demi sedikit dan diaduk sampai terbentuk masa basis krim hingga homogen. Setelah terbentuk krim, krim dimasukkan didalam wadah dan dilakukan evaluasi sediaan krim.

## 7. Evaluasi sediaan krim

### 1. Uji organoleptis

Ambil sedikit sediaan krim dan dilakukan pengamatan dengan menggunakan panca indera terhadap bentuk, warna dan bau

sediaan. Kemudian, hasil dicatat dalam catatan. Hasil yang baik akan sesuai dengan zat aktif yang digunakan. Bentuknya semisolid, warna agak sedikit kecoklatan dan bau khas kunyit putih (Desmiaty dkk., 2020). Uji organoleptis ini menggunakan subjek responden dengan menggunakan kriteria seseorang yang sehat dengan rentang umur 20-30 tahun untuk pengujiannya (Widodo, 2013).

## 2. Uji Homogenitas

Krim yang akan diamati dioleskan pada kaca objek yang bersih dan kering sehingga membentuk suatu lapisan yang tipis, kemudian ditutup dengan kaca preparat. Krim dinyatakan homogen apabila pada pengamatan, krim memiliki tekstur yang tampak rata dan tidak menggumpal (Khopkar, 1990)

## 3. Uji pH

Penentuan pH sediaan dilakukan dengan menggunakan alat pH meter. pH meter dikalibrasi dengan larutan dapar standar netral (pH 7,01) dan larutan dapar pH asam (pH 4,01) sampai menunjukkan harga pH tersebut. Kemudian elektroda dicuci dengan air suling dan dikeringkan dengan tissue. Sampel dibuat dalam konsentrasi 1% yaitu ditimbang 1 g sediaan dan dilarutkan dalam 100 ml air suling. Kemudian elektroda dicelupkan dalam larutan tersebut. Dibiarkan alat menunjukkan harga pH sampai konstan. Angka yang ditunjukkan pH meter merupakan pH sediaan (Lubis, 2012 ). pH krim yang baik yaitu 4,5-7 (Rowe dkk., 2009).

#### 4. Uji daya sebar

Ditimbang sebanyak 0,5 gram krim dan letakkan diatas cawan patri. Diletakkan penutup cawan dengan posisi terbalik diatas krim dan biarkan selama 1 menit . Diukur berapa diameter yang dibutuhkan. Diamati setiap penambahan beban 50 gram selama 1 menit dan dicatat diameter yang dihasilkan. Penambahan beban hingga 300 gram (Shovyana, 2013). Persyaratan daya sebar untuk sediaan topikal yaitu sekitar 5-7 cm (Voight, 1995).

#### 5. Uji tipe krim

Diambil sedikit sediaan krim dan diletakkan di kaca arloji. Kemudian, dilarutkan sediaan krim dengan pelarut air. Diamati krim apakah krim dapat terdispersi atau akan pecah. Jika stabil dan terdispersi maka krim tipe M/A , jika krim akan pecah dimana air dan minyak tidak akan tercampur sama sekali maka menunjukkan krim tipe M/A (Voight, 1995).

#### 6. Uji Iritasi

Uji iritasi sediaan krim dilakukan dengan uji tempel pada 9 orang panelis, dimana 3 orang panelis mewakili 1 formula sediaan, 1 orang laki-laki dan 2 orang perempuan dengan rentang umur 20-30 tahun. Uji ini dilakukan dengan menempelkan sediaan krim pada lengan bagian dalam selama 24 jam dan ditutup dengan kain kasa agar tidak terkontaminasi zat lain (Anggraini dkk., 2020). Dikatakan mengiritasi

jika pada kulit panelis timbul reaksi panas, kemerahan dan gatal (Fitriansyah & Gozali, 2014).

#### 7. Uji Stabilitas

Uji stabilitas dilakukan dengan metode *freeze thaw*. Masing-masing sediaan disimpan pada suhu  $4^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  selama 24 jam lalu disimpan pada suhu  $25^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  untuk 24 jam berikutnya (1 siklus). Pengujian dilakukan sebanyak 3 siklus dan diamati terjadinya perubahan fisik dari sediaan krim (Djajadisastra, 2004).

### E. Teknik Pengumpulan dan Analisis Data

Teknik pengumpulan data dilakukan dengan mengidentifikasi senyawa flavonoid melalui pereaksi warna. Setelah itu, pengumpulan data juga dilakukan dengan membuat formulasi sediaan krim ekstrak kunyit putih menggunakan kombinasi emulgator tween 80 dan span 80 dalam 3 jenis konsentrasi yang berbeda. Dilakukan pengujian sediaan krim ekstrak kunyit putih menggunakan uji sifat fisik dan stabilitas krim. Data uji sifat fisik yang meliputi uji organoleptis, uji homogenitas, uji tipe krim dan uji iritasi dicatat dan dianalisis secara deskriptif. Data uji sifat fisik yang meliputi uji pH dan uji daya sebar dicatat dan dianalisis statistik dengan menggunakan uji normalitas *Kolmonogorov-Smirnov*. Jika terdistribusi normal maka hasilnya dianalisis menggunakan perangkat lunak *One Way ANOVA*. Sedangkan, jika data tidak terdistribusi normal maka hasilnya dianalisis menggunakan *Kruskal Wallis*.  $H_0$ : tidak ada pengaruh penggunaan kombinasi tween 80 dan span 80 terhadap sifat fisik sediaan krim ekstrak kunyit putih.  $H_1$  : terdapat

pengaruh penggunaan kombinasi tween 80 dan span 80 terhadap sifat fisik sediaan krim ekstrak kunyit putih. Penentuan formulasi terbaik didapatkan dari hasil uji sifat fisik dan stabilitas yang sesuai dengan kriteria.