

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

A. Jenis Penelitian

Penelitian ini menggunakan metode eksperimental karena adanya perlakuan pada setiap variabel tergantung. Desain eksperimental merupakan *desain study* dimana peneliti dapat menciptakan lingkungan atau kondisi tiruan, mengontrol beberapa variabel bebas untuk membuktikan hubungan sebab akibat (Jaedun, 2011).

B. Variabel Penelitian

Variabel penelitian dari pembuatan krim pelembab dari ekstrak daun daun teh hijau (*camellia sinensis* L) dapat dikelompokkan sebagai berikut :

1. Variabel penelitian

- a. Variabel bebas dalam penelitian ini adalah perbedaan variasi konsentrasi kombinasi gliserin, sorbitol dan propilen glikol yaitu dengan konsentrasi (5%:7%:3%, 3%:7%:5% dan 5%:3%:7%) sebagai pelembab dalam basis *vanishing* krim ekstrak daun teh hijau (*Camellia sinensis* L)
- b. Variabel tergantung dalam penelitian ini yaitu evaluasi sediaan krim pelembab secara organoleptis, homogenitas, pH, viskositas, daya sebar, daya lekat, uji iritasi, aktivitas kelembapan.
- c. Variabel terkontrol dalam penelitian ini adalah proses pembuatan dan percobaan dari sediaan krim pelembab ekstrak daun teh hijau (*camellia sinensis* L.), konsentrasi ekstrak daun teh hijau (*camellia sinensis* L.) dan bahan tambahan lain.

C. Alat dan Bahan

1. Alat

Pada penelitian ini alat yang digunakan meliputi timbangan analitik, alat-alat gelas (*Pyrex*®), batang pengaduk (*Pyrex*®), kain kasa, kain *flannel*, *waterbath*, selotip transparan, cawan penguap, ayakan mesh 4/18, *thermometer* ruang, mortir dan stemper, pipet tetes (*Pyrex*®), alat daya sebar, alat daya lekat, pH meter, *stopwatch*, viskosimeter VT- 04 (Rion), jangka sorong dan blender.

2. Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini meliputi daun teh hijau yang diperoleh dari Desa Pagilaran Kabupaten Batang, gliserin (*Brataco*), sorbitol (*Brataco*), propilenglikol (*Brataco*), asam stearat (*Brataco*), trietanolamin (*Brataco*), setil alkohol (*Brataco*), aquadest (*Brataco*), metil paraben (*Brataco*), etanol 96% (*Brataco*), silika gel.

D. Tempat dan Waktu Penelitian

1. Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan di laboratorium Teknologi Farmasi Prodi DIII Farmasi, Fakultas Farmasi Universitas Pekalongan.

2. Waktu Penelitian

Penelitian dilaksanakan pada bulan Januari - Februari 2020

E. Rancangan Penelitian

1. Pembuatan ekstrak daun teh hijau

Tanaman daun teh hijau diperoleh dari perkebunan teh Desa Pagilaran Kabupaten Batang. Teh hijau diperoleh dari daun teh yang lebih tua dibandingkan daun teh putih (pucuk daun muda yang dipetik dan dipanen sebelum benar-benar mekar), kemudian mengalami penonaktifan enzim fenolase dengan cara pemanasan sehingga oksidasi terhadap katekin dapat dicegah (Fauzia dan Joshita., 2014).

Diambil 7500 gram daun teh hijau kemudian dicuci dengan air mengalir, didiamkan 15 menit sampai airnya turun. Setelah itu dirajang dengan menggunakan pisau. Kemudian dikeringkan dan terlindung dari sinar matahari langsung (dipenutup jaring hitam) sampai kering. Setelah itu ditimbang hingga 750 gram dan dihaluskan dengan diblender agar menjadi serbuk (Sutarna dkk., 2016).

Serbuk simplia daun teh hijau dimaserasi dengan etanol 70%. 750 gram serbuk simplisia dimasukkan kedalam beackerglass dan ditambah 7500 mL etanol 70% dengan cara bertahap. Tahap pertama simplisia dimaserasi dengan 5000 mL penyari selama 5 hari, lalu disaring menggunakan kain flanel dan ampas ditambahkan sisa penyari 2500 mL selama 5 hari, setiap 6 jam sesekali diaduk selama 15 menit. Maserat dikumpulkan dan dilakukan pemekatan dengan *rotary evaporator* pada suhu 40°C, sehingga didapat ekstrak setengah kental, kemudian diuapkan kandungan etanol yang tersisa di atas *waterbath* hingga didapat ekstrak kental (Susilo dkk., 2012).

2. formulasi krim

Formulasi sediaan yang dibuat merupakan formulasi modifikasi dari formula krim pelembab kulit alami dari sari buah jeruk bali (*Citrus Maxima* (Burm.) *Osbeck*) (Lubis dkk., 2012).

Ekstrak daun teh hijau dengan konsentrasi 20 (% b/v) akan dibuat dengan 3 formula dengan kombinasi gliserin, sorbitol dan propilen glikol sebagai pelembab dalam basis *vanishing* krim. Sediaan krim pelembab yang dibuat 100 gram pada masing-masing formula. Formulasi krim pelembab ekstrak daun teh hijau Hijau (*Camellia Sinensis* L) dapat dilihat dari tabel II.

Dasar pemilihan formulasi tersebut diperoleh dari berbagai sumber diantaranya konsentrasi efektif ekstrak daun teh hijau 20% dapat mencegah peningkatan melanin kulit yang dipapar sinar UV B pada hewan marmut yaitu salah satu tanda penuaan pada kulit dengan adanya proses hiperpigmentasi (Puspitasari dkk., 2017).

Dasar penggunaan gliserin 5%, 3% dan 5% karena konsentrasi lazim penggunaan gliserin sebagai humektan adalah kurang dari 30% (Rowe dkk., 2009). Pada peneliti sebelumnya juga menyatakan bahwa 5% gliserin dapat memenuhi persyaratan uji stabilitas dan mutu sediaan yang paling baik (Sutrisno., 2014). Pada penggunaan sorbitol 7%, 7% dan 3% didasarkan pada range konsentrasi sorbitol sebagai humektan adalah 3%-15% (Rowe dkk., 2009). Berdasarkan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Santoso (2018) konsentrasi sorbitol yang baik adalah 7% yaitu mampu memberikan pengaruh terhadap sifat fisik daya lekat, daya sebar dan viskositas. Sedangkan

pada penggunaan propilen glikol 3%, 5% dan 7% didasarkan pada Barel (2001) yaitu samapai 50%. Sutrisno (2014) mengatakan bahwa penggunaan propilen glikol 3% mampu memenuhi persyaratan uji stabilitas dan mutu sediaan yang baik.

Tabel II. Formulasi sediaan krim ekstrak daun teh hijau

No	Bahan	F1	F2	F3	Khasiat
	Ekstrak daun teh hijau (<i>Camellia Sinensis</i> L)	20 %	20 %	20 %	Zat Aktif
	Gliserin	5 %	3 %	5 %	Humektan
	Sorbitol	7 %	7 %	3 %	Humektan
	Propilenglikol	3 %	5 %	7 %	Humektan
5	Setil alkohol	0,5 %	0,5 %	0,5 %	Fase minyak
6	Asam stearat	12 %	12 %	12 %	Fase minyak
7	Trietanolamin (TEA)	1 %	1 %	1 %	Fase air
8	Metil paraben	0,1 %	0,1 %	0,1 %	Pengawet
9	Aquadest	Ad 100 %	Ad 100 %	Ad 100 %	Pembawa

Keterangan:

Formula 1: konsentrasi gliserin 5%, sorbitol 7% dan propilen glikol 3%

Formula 2: konsentrasi gliserin 3%, sorbitol 7% dan propilen glikol 5%

Formula 3: konsentrasi gliserin 5%, sorbitol 3% dan propilen glikol 7%

3. Pembuatan krim ekstrak daun teh hijau (*Camellia Sinensis* L)

Fase minyak dalam bentuk padat (setil alkohol dan asam stearat) dilebur pada suhu 70-75 °C diatas *waterbath*, kemudian aduk sampai homogen (massa 1). Fase air berupa trietanolamin, gliserin (formula I 5%, formula II 3%, dan formula III 5%), sorbitol (formula I 7%, formula II 7%, dan formula III 3%) dilebur pada suhu 70-75 °C, kemudian hasil peleburan di masukkan kedalam mortir hangat (massa 2). Fase air Propilen glikol (formula I 3%, formula II 5%, dan formula III 7%) dicampur dengan metil paraben,

kemudian aduk sampai homogen (massa 3). Kemudian campur massa 2 dan 3 kedalam massa 1 sedikit demi sedikit sambil diaduk sampai homogen pada suhu yang dipertahankan hingga membentuk massa krim.

4. Evaluasi sifat fisik

Krim yang sudah diformulasikan kemudian dilakukan evaluasi sifat fisik yang meliputi uji organoleptis, uji homogenitas, uji pH, uji daya sebar, uji daya lekat, uji iritasi dan uji aktivitas kelembapan. Evaluasi sifat fisik digunakan untuk menentukan formula yang paling baik dan sesuai dengan kriteria krim yang baik dari ketiga formula krim pelembab ekstrak daun teh hijau (*Camellia sinensis* L) dengan kombinasi konsentrasi gliserin, sorbitol, dan propilen glikol yaitu 5%:7%:3%, 3%:7%:5% dan 5%:3%:7% sebagai pelembab dalam basis *vanishing* krim.

a. Uji organoleptis

Pengamatan yang dilakukan dalam uji ini adalah bentuk, bau, warna dari sediaan krim. Uji organoleptis dilakukan pada hari pertama setelah sediaan krim selesai dibuat. Pada pengujian organoleptis digunakan responden sebanyak 10 orang (5 laki-laki dan 5 perempuan) dengan usia 20-30 tahun (Putrinesia, 2017). Parameter kualitas krim yang baik adalah bentuk sediaan setengah padat, krim berbau khas ekstrak yang digunakan dan berwarna seperti ekstrak (Sayuti, 2015).

b. Uji homogenitas

Uji homogenitas sediaan dilakukan dengan cara mengamati hasil pengolesan krim pada plat kaca. Uji homogenitas dilakukan pada hari

pertama setelah sediaan selesai dibuat. Krim yang homogen ditandai dengan tidak terdapatnya gumpalan partikel pada hasil pengolesan, struktur yang rata dan memiliki warna yang seragam dari titik awal pengolesan sampai titik akhir pengolesan (Sayuti, 2015). Pengujian dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali.

c. Uji pH

Pengukuran nilai pH menggunakan alat bantu pH meter. Elektrode yang akan digunakan dikalibrasi dengan air, kemudian dikeringkan dengan tissue, letakkan elektrode ke dalam krim. Angka yang ditunjukkan pH meter adalah angka pH yang dimiliki oleh krim tersebut. Nilai pH krim yang baik adalah 4,5 - 6,5 atau sesuai dengan nilai pH kulit manusia. Hal ini dilakukan untuk mengetahui apakah pH krim yang dibuat sesuai dengan pH kulit manusia atau tidak (Fadzil, 2016). Pengujian dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali.

d. Uji viskositas

Uji viskositas dilakukan setelah penyimpanan selama 48 jam setelah pembuatan krim. Pengukuran viskositas krim menggunakan alat Rheon 1 viscotester VT-04. Sediaan diletakkan di atas cone berdiameter 5cm dan dihipitkan dengan plate hingga cukup tipis namun kondisi dijaga agar cone dan plate tidak bergesekan. Parameter pengukuran diatur sama sehingga semua formula mengalami perlakuan yang sama (Santoso dkk., 2018). Amati jarum penunjuk dari viskosimeter yang mengarah ke angka pada skala viskositas untuk rotor no 1 yang tersedia, ketika jarum

menunjukkan ke arah yang stabil, maka angka itulah merupakan viskositasnya dan dicatat dalam satuan cPs (Zulkarnain dkk, 2013). Viskositas krim ideal dengan alat viskosimeter yaitu tidak kurang dari 50 dPa – S. 1 cPs sama dengan 0,1dPa-S, maka krim ideal ketika tidak kurang dari 50 dPa-S sama dengan tidak kurang dari 5 cPs (Gozali dkk., 2008).

e. Uji daya sebar

Pengujian daya sebar dilakukan dengan cara meletakkan 0,5 g krim diantara dua lempeng objek transparan yang diberi beban 100 g. pengukuran diameter daya sebar dilakukan setelah krim tidak menyebar kembali atau lebih kurang 1 menit setelah pemberian beban (Sayuti, 2015). Syarat daya sebar yang baik untuk sediaan krim adalah 5-7 cm (Ulaen dkk., 2012). Pengujian dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali.

f. Uji daya lekat

Uji daya lekat sediaan dilakukan dengan cara 0,25 g diletakkan diantara 2 gelas objek, kemudian ditekan dengan beban 1 kg selama 5 menit. Setelah itu beban diangkat dari gelas objek, kemudian gelas objek dipasang pada alat test. Alat uji diberi beban 80 g dan kemudian dicatat waktu pelepasan krim dari gelas objek (Sayuti, 2015). Syarat daya lekat krim yang baik tidak kurang dari 4 detik pada saat percobaan (Ulaen dkk., 2012). Pengujian dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali.

g. Uji iritasi

Sebanyak 0,1 g krim ditimbang, dioleskan pada kulit lengan bagian dalam dengan ukuran 2 x 2 cm, kemudian ditutupi dengan kain kasa dan plester. Setelah itu dilihat gejala yang ditimbulkan setelah 24 jam pemakaian. Uji iritasi ini dilakukan untuk masing-masing formula pada 5 responden dengan kriteria pria atau wanita berbadan sehat, usia antara 20-30 tahun, tidak memiliki riwayat penyakit alergi dan bersedia menjadi sukarelawan. Hasil pengolesan di bandingkan dengan area kulit yang tidak di olesi krim. Parameter krim yang diterima untuk uji iritasi yaitu krim dikatakan aman digunakan jika adanya kemerahan pada kulit, timbul rasa panas, dan gatal dikulit (Meila dkk., 2017).

h. Uji efektivitas kelembaban

Uji efektivitas kelembaban terhadap kulit dilakukan dengan cara mengukur kemampuan sediaan untuk mengurangi penguapan air dari kulit. Sediaan ditimbang sekitar 500 mg. Dioleskan sediaan tersebut pada lengan bagian bawah responden. Ditimbang silika gel sebanyak 10 g kemudian dibungkus menggunakan kain kasa, lalu dimasukkan kedalam wadah plastik yang sudah dilubangi. Selanjutnya silika gel yang sudah dibungkus ditempelkan pada lengan bawah sukarelawan yang telah diolesi sediaan dan dibiarkan menempel selama 3 jam, kemudian segera dilepas, dan silika gel yang telah digunakan ditimbang kembali dan dihitung persentase pengurangan penguapan air dari kulit. Semakin besar

kamampuan sediaan untuk mengurangi penguapan air dari kulit maka semakin baik sediaan tersebut (Husna dkk., 2012).

Responden yang dijadikan panel pada penentuan kemampuan sediaan untuk mengurangi penguapan air dari kulit berjumlah 6, dimana tiap formula diujikan kepada 6 responden dengan kriteria wanita berbadan sehat, usia antara 20-30 tahun dan tidak ada riwayat penyakit alergi (Husna dkk., 2012).

Rumus yang digunakan dalam perhitungan persentase pengurangan penguapan air dari kulit adalah:

- 1) pertambahan berat silika gel = berat awal silika gel – berat akhir silika gel
- 2) persentase pengurangan penguapan air = $\frac{x-y}{x} \times 100\%$

keterangan:

X = pertambahan berat silika gel yang digunakan pada kulit yang tidak diolesi sediaan

Y = pertambahan berat silika gel yang digunakan pada kulit yang diolesi sediaan (Husna dkk., 2012).

I. Uji stabilitas fisik

Uji stabilitas dilakukan dengan metode sentrifugasi yaitu pada satu sediaan krim yang paling baik sifat fisiknya dari ketiga formula sediaan. Uji sentrifugasi dilakukan dengan cara menimbang sediaan sebanyak 10 gram krim, masukkan sediaan kedalam tabung sentrifugasi, kemudian disentrifugasi pada suhu ruang dengan kecepatan 3800 rpm selang 30

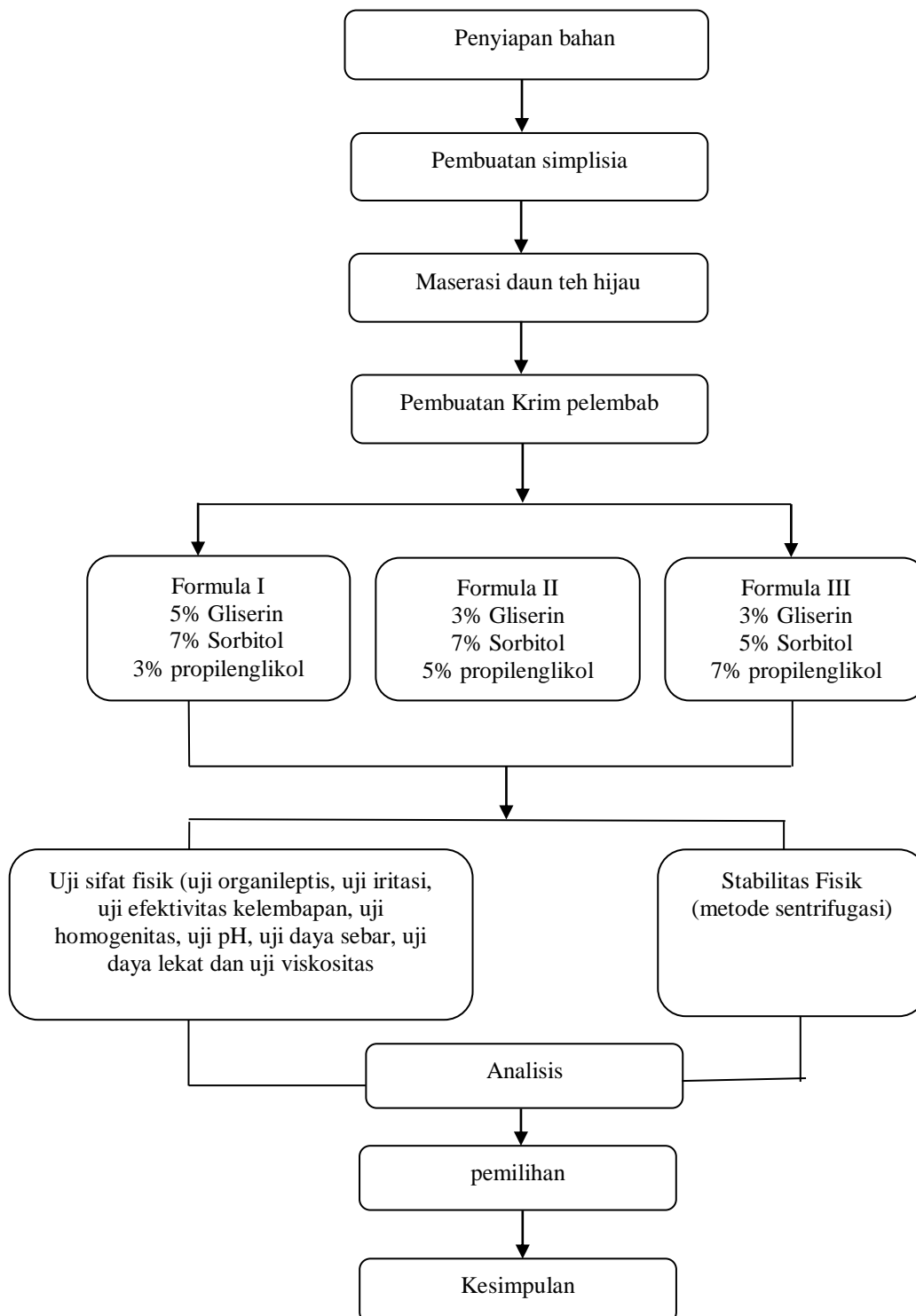
menit selama 5 jam. Kecepatan 3800 rpm mengindikasikan bahwa sediaan stabil selama 1 tahun pada suhu ruang. Kriteria krim stabil apabila krim yang diuji tidak terjadi pemisahan fase perlakuan (Hamsinah dkk., 2016).

F. Pengumpulan dan Analisis Data

Data percobaan berupa hasil uji sifat fisik krim yaitu organoleptis, homogenitas, pH, viskositas, daya sebar, daya lekat, iritasi dan aktivitas kelembapan serta uji stabilitas fisik krim metode sentrifugasi dari formula I, formula II dan formula III krim ekstrak daun te hijau (*Camellia sinensis* L.) Data dari organoleptis, homogenitas, iritasi, dan aktivitas kelembapan dianalisis dengan menggunakan data kuisioner. Dilakukan pengujian pH, viskositas, daya sebar, daya lekat dan aktivitas kelembapan untuk melihat simpangan baku (SD) dari data-data tersebut dengan metode validasi presisi yaitu keterulangan metode analisis. Keseksamaan (presisi) dinyatakan dengan persentase simpangan baku dengan batas-batas yang masih dapat diterima berdasarkan ketelitiannya. Tingkat ketelitiannya terdiri dari $\leq 1\%$ = sangat teliti, 1% sampai $\leq 2\%$ = teliti, 2% sampai 5% = ketelitian sedang dan $< 5\%$ = ketelitian rendah (Kusuma, 2011). Kemudian pemilihan formula terbaik dilakukan dengan melihat kesesuaian hasil uji sifat fisik dan stabilitas fisik terhadap kriteria yang ditentukan. Formula dengan stabilitas yang baik dan memenuhi kriteria sifat fisik maka dipilih sebagai formula krim terbaik.

G. Diagram Penelitian

diagram alir cara kerja dapat dilihat pada gambar 2 dibawah ini



Gambar 2. Diagram Alir Cara Kerja