

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **A. DESAIN PENELITIAN**

Desain penelitian yang digunakan dalam penelitian ini adalah eksperimental laboratorium.

#### **B. LOKASI DAN WAKTU PENELITIAN**

##### **1. Lokasi Penelitian**

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Teknologi Farmasi Fakultas Kedokteran dan Ilmu Kesehatan Universitas Muhammadiyah Yogyakarta

##### **2. Waktu Penelitian**

Penelitian dilaksanakan pada bulan Juni sampai September 2017

#### **C. VARIABEL DAN DEFINISI OPERASIONAL**

##### **1. Variabel Penelitian**

###### **a. Variabel Bebas**

Konsentrasi dari TEA, Propilen glikol dan gliserin.

###### **b. Variabel Tergantung**

Kualitas fisik sediaan krim berupa (warna, bau dan bentuk sediaan), pH, homogenitas, daya lekat, daya sebar, dan viskositas.

###### **b. Variabel terkontrol**

Beban yang digunakan pada uji daya lekat, uji daya sebar, dan suhu yang digunakan untuk menguji stabilitas sediaan krim ekstrak daun sirih merah (*Piper crocatum Ruiz. & Pav.*).

- c. Variabel tidak terkendali

Kelembaban dan udara.

## 2. Definisi Operasional

- a. Uji organoleptis meliputi pengamatan warna, aroma dan bentuk sediaan. Warna sediaan sama dengan zat aktif, aroma harus sama dengan aroma zat aktif karena tidak ada tambahan aroma lain, dan penampilan harus sesuai standar sediaan krim.
- b. Uji homogenitas, dilakukan dengan cara mengoleskan sedikit sediaan krim pada objek glass dan diamati. Persyaratan uji homogenitas adalah tidak adanya partikel yang menggumpal.
- c. Uji pH, dilakukan dengan menggunakan pH *indicator*. Persyaratan pH pada sediaan adalah 4,5-6,5.
- d. Uji daya sebar, persyaratan pada uji daya sebar adalah daya sebar harus pada rentan 3-5 cm<sup>2</sup>.
- e. Uji daya lekat, persyaratan pada uji daya lekat adalah waktu lekatnya harus lebih dari 2-300 detik.
- f. Uji Viskositas, dilakukan dengan menggunakan *viscometer Brookfield*.
- g. Uji daya proteksi, dilakukan dengan menggunakan indicator PP bereaksi dengan KOH, persyaratan uji daya proteksi adalah semakin lama waktu yang dibutuhkan indicator PP bereaksi dengan KOH maka semakin baik daya proteksi sediaan krim yang dihasilkan.

- h. Uji Tipe Emulsi, dilakukan untuk mengetahui tipe krim A/M (air dalam minyak) atau M/A (minyak dalam air) dengan pemberian *methylen blue* atau *sudan III*.
- i. Uji Stabilitas Fisik, dilakukan untuk mengetahui untuk mengetahui ada tidaknya perubahan yang terjadi saat sediaan disimpan pada suhu tertentu.

#### **D. BAHAN DAN ALAT**

##### **1. Bahan**

Ekstrak daun sirih merah (*Piper Crocatum Ruiz. & Pav.*) (daun sirih merah diperoleh dari perkebunan tanaman di Bantul , Yogyakarta), etanol 96 % (Brataco<sup>®</sup>), setil alkohol (Brataco<sup>®</sup>), asam stearat (Brataco<sup>®</sup>) , TEA (Triethanolamine) (Brataco<sup>®</sup>), propilen glikol (Brataco<sup>®</sup>), gliserin (Brataco<sup>®</sup>), aquadest (Brataco<sup>®</sup>).

##### **2. Alat**

Timbangan digital (Mettler toledo<sup>®</sup>), pipet tetes, mortir, stemper, gelas beker (Iwaki pyrex<sup>®</sup>), anak timbangan (Protinal<sup>®</sup>), penangas air, penggaris plastic, kamera, kertas label, viskometer, aluminium foil.

#### **E. CARA KERJA**

##### **1. Determinasi Tanaman**

Determinasi untuk tanaman sirih merah dilakukan di Laboratorium Biologi Farmasi, Fakultas Farmasi Universitas Gadjah Mada (UGM).

## **2. Pengumpulan dan Penyiapan Bahan**

Bahan daun sirih merah yang diperoleh dari daerah Bantul, Yogyakarta. Dibersihkan dari pengotor, selanjutnya dicuci dibawah air mengalir sampai bersih kemudian ditiriskan, dan dikeringkan dengan di jemur dibawah sinar matahari ditutup dengan menggunakan kain berwarna hitam pada bagian permukaan daun dengan tujuan agar simplisia tidak langsung terpapar sinar matahari, tunggu sampai simplisia menjadi kering, selanjutnya simplisia kering dihaluskan menggunakan blender hingga menjadi serbuk. Serbuk diayak menggunakan ayakan nomer 30 mesh untuk menyamakan ukuran serbuk sebelum dilakukan proses ekstraksi (maserasi).

## **3. Ekstraksi**

Pembuatan ekstrak dilakukan dengan menggunakan metode maserasi. Proses maserasi dilakukan dengan cara merendam serbuk simplisia dengan pelarut etanol 96%. Pada penelitian ini perbandingan antara serbuk dan pelarut yang digunakan adalah 1:5. Lama waktu yang diperlukan adalah lima hari. Selama proses maserasi, pengadukan dilakukan setiap hari dengan tujuan agar proses penyarian zat dalam simplisia terjadi secara sempurna. Serbuk simplisia sirih merah yang direndam kemudian disaring dan dipisahkan antara filtrat (cairan) dengan ampas. Filtrat yang telah dipisahkan kemudian diuapkan dengan rotari evaporasi sampai berbentuk ekstrak kental.

#### 4. Formulasi Sediaan Krim Dari Ekstrak Sirih Merah (*Piper crocatum Ruiz. & Pav.*)

Formulasi sediaan krim ekstrak sirih merah dapat dilihat pada Tabel 2

**Tabel 2.**Formulasi sediaan krim ekstrak sirih merah

Komposisi/ Bahan	Konsentrasi		
	F1	F2	F3
Ekstrak sirih merah	1	1	1
Cetyl alkohol	0,2	0,2	0,2
Stearic acid	1,3	1,3	1,3
TEA	0,15	0,3	0,4
Propylene glycol	0,8	1,3	1,3
Gliserin	-	1	1
Aquadest	5ml	5ml	5ml

Pembuatan sediaan krim dilakukan dengan menguapkan *cetyl alkohol* dan asam stearat (fase1) diatas penangas air atau *waterbath* dalam cawan penguap pada suhu 80°C hingga mencair. Ekstrak sirih merah dicampurkan dengan bahan-bahan (fase 1) yaitu setil alkohol dan asam stearat dalam mortir hangat, kemudian diaduk sampai homogen (fase 2). Propilen glikol dicampurkan fase 2 dalam mortir kemudian aduk sampai homogen (fase 3), dimasukkan TEA dan fase3, diaduk sampai homogen. Krim yang sudah jadi dimasukkan ke dalam wadah.

#### 5. Uji Kualitas Fisik Krim

Evaluasi dari ketiga formula dilakukan sesaat setelah sediaan di buat dengan pengujian kualitas fisik sediaan krim, uji organoleptis, uji pH, uji homogenitas, uji daya sebar, uji daya lekat, uji viskositas, uji daya proteksi, uji tipe emulsi. Dari hasil uji tersebut nantinya akan dipilih salah satu formula krim terbaik. Berikut adalah uji yang dilakukan pada sediaan krim ekstrak sirih merah (*Piper crocatum Ruiz. & Pav.*):

a. Pengamatan Organoleptis

Pengamatan Organoleptis dilakukan secara makroskopis dengan memeriksa bau, warna, dan bentuk sediaan. Memiliki warna seperti zat akif, memiliki aroma khas ekstrak daun sirih merah (*Piper crocatum Ruiz. & Pav.*), bentuk massa krim.

b. Pengukuran pH

Pengukuran pH krim dilakukan dengan pH *indicator* yang dicelupkan ke dalam sediaan selama 3 detik. Hasil pengukuran dengan kisaran pH sesuai dengan perubahan warna yang terjadi pada pH *stick indicator*. Uji ini dilakukan untuk mengetahui pH krim yang sesuai yaitu 4,5-6,5.

c. Pengamatan Homogenitas

Pengamatan homogenitas dilakukan dengan cara mengoleskan sedikit sediaan krim pada *objek glass* dan diamati. Persyaratan uji homogenitas adalah tidak adanya partikel yang menggumpal.

d. Uji Daya Lekat

Uji daya lekat dilakukan dengan cara melekatkan krim pada objek glass pada tempat aplikasinya dan diamati. persyaratan pada uji daya lekat yang baik adalah waktu lekatnya harus lebih dari 2-300 detik.

e. Uji Daya Sebar

Sediaan sebanyak masing-masing 0,5 gram dan kaca tak berskala di timbang. Krim diletakkan di tengah kaca berskala dan ditimpa kaca tak berskala selama 1 menit. Dihitung diameter luas sebaran dengan

ditambahkan beban mulai dari 0 gram sampai 500 gram dan masing-masing didiamkan terlebih dahulu 1 menit sebelum ditambahkan beban.

f. Uji Viskositas

Diuji dengan cara menuangkan sediaan pada gelas viskometer dan diukur dengan alat pengaduk viskometer nomor 2, dimana alat pengaduk tersebut merupakan seri nomor pengaduk untuk sediaan yang memiliki kekentalan sedang. Skala kekentalan sediaan yang diuji akan muncul pada jarum di alat viskometer. Alat yang digunakan adalah RION viskometer VT-04E.

g. Uji Daya Proteksi

Uji daya proteksi dilakukan dengan menggunakan indikator PP bereaksi dengan KOH, persyaratan uji daya proteksi adalah semakin lama waktu yang dibutuhkan indikator PP bereaksi dengan KOH maka semakin baik daya proteksi sediaan krim yang dihasilkan.

h. Uji Tipe Emulsi

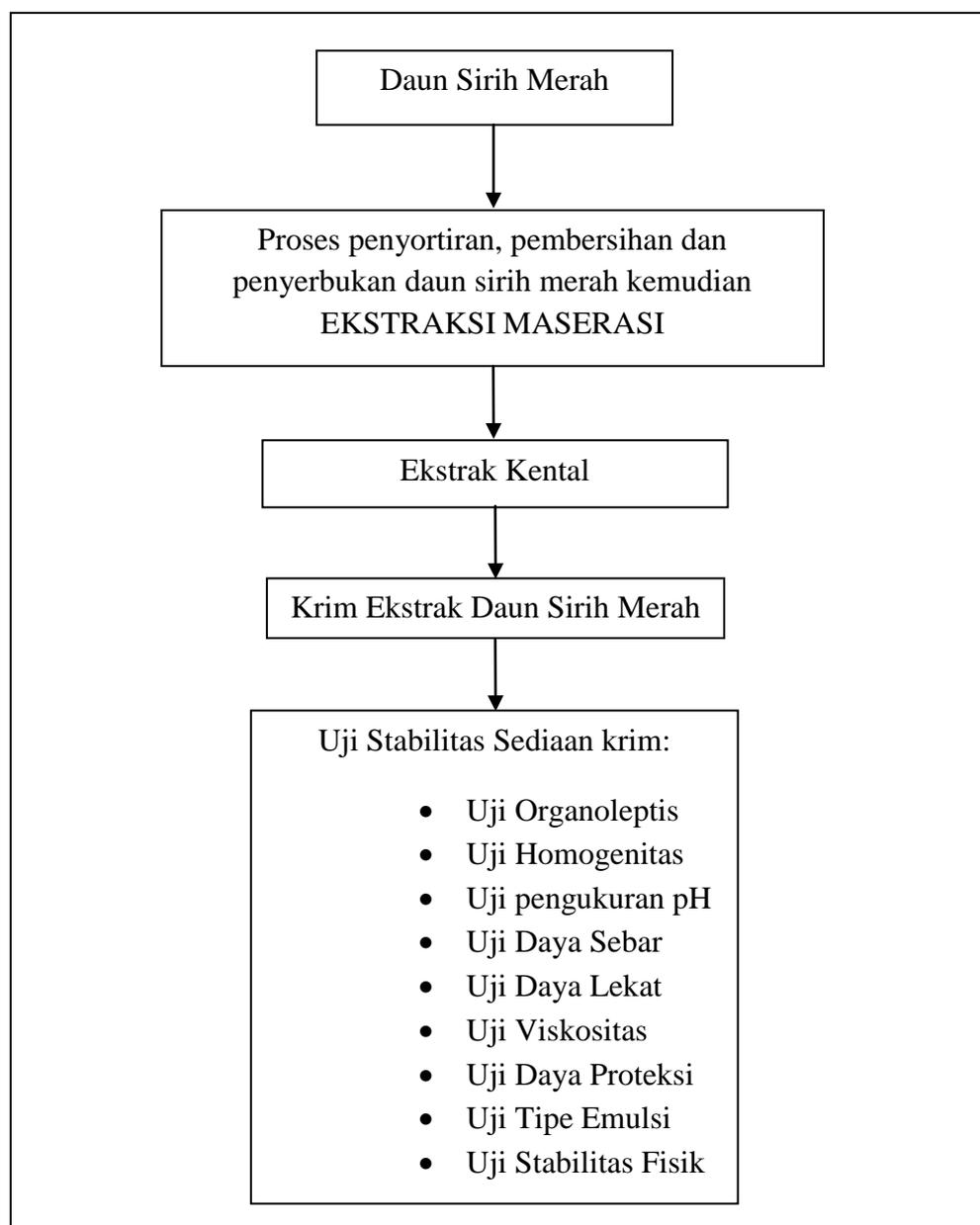
Penentuan tipe emulsi sediaan dilakukan dengan cara sebanyak 1 tetes krim ditempatkan di atas gelas objek, ditambah 1 tetes larutan metilen blue, dicampur merata, diamati di bawah mikroskop akan terbentuk warna biru yang homogeni yang menunjukkan tipe minyak dalam air sedangkan jika terbentuk warna biru yang tidak homogen menunjukkan terbentuknya tipe air dalam minyak (Wedana,2013).

i. Uji Stabilitas Fisik

Uji stabilitas krim dilihat dari ada tidaknya perubahan yang terjadi saat sediaan disimpan pada suhu tertentu. Pada penelitian ini suhu yang

diterapkan adalah suhu ruangan. Uji stabilitas ini dilakukan dengan cara menyimpan formulasi sediaan krim yang telah dibuat di dalam wadah terbuka dan dibiarkan selama 28 hari, kemudian diamati perubahan pada sediaan krim.

## F. ALUR PENELITIAN



**Gambar 7.** Alur Penelitian

## **G. ANALISIS DATA**

Hasil dari formulasi sediaan krim ekstrak daun sirih merah (*Piper crocatum Ruiz. & Pav.*) dapat dilakukan dengan pengujian fisik sediaan berupa data yang diperoleh dengan replikasi tiga kali pada pengamatan organoleptis, nilai pH, homogenitas, daya sebar, daya lekat, dan disajikan dalam bentuk grafik.

Uji kualitas fisik sediaan krim dilakukan replikasi sebanyak tiga kali. Rerata hasil uji tersebut dibandingkan dengan uji kualitas fisik yang dipersyaratkan. Formula dengan hasil memenuhi persyaratan dipilih sebagai formulasi dengan stabilitas dan karakteristik sediaan krim terbaik.