

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Rancangan Penelitian**

Penelitian ini merupakan jenis penelitian deskriptif karena hanya mendeskripsikan tentang mutu dan penerimaan volunter. Adapun tahapan dalam penelitian ini yaitu tahap persiapan, tahap pelaksanaan, dan tahap akhir

Tahap persiapan dalam penelitian ini meliputi membuat formula sediaan krim, persiapan alat dan bahan yang diperlukan dalam penelitian, penyusunan prosedur kerja, dan penentuan laboratorium penelitian.

Tahap pelaksanaan dalam penelitian ini. meliputi pembuatan ekstrak daun bunga pukul empat dan pembuatan sediaan krim

Tahap akhir dalam penelitian ini meliputi evaluasi mutu fisik krim dan penerimaan volunter. Kemudian dari dari pengujian tersebut dilakukan analisis hasil akhir yang diperoleh

#### **3.2 Populasi Dan Sampel**

Populasi merupakan keseluruhan dari objek yang akan diteliti. Populasi yang digunakan dalam penelitian ini adalah krim ekstrak daun bunga pukul empat. Sampel merupakan bagian dari populasi yang diteliti. Sampel yang digunakan adalah krim ekstrak daun bunga pukul empat dengan konsentrasi 0,05% (Kumar,*et al.*, 2010)

### 3.3 Lokasi Dan Waktu Penelitian

Penelitian ini berlokasi di laboratorium farmakognosi dan laboratorium farmaset Akademi Farmasi Putra Indonesia Malang, pada Bulan Mei – Juni 2019

### 3.4 Definisi Operasional Variabel

**Tabel 3.1 Definisi Operasional**

<i>Variabel</i>	Sub variable	Definisi operasional	Alat ukur	Hasil ukur	Skala ukur
Mutu fisik krim ekstrak daun bunga pukul empat	Organoleptis	Keadaan fisik sediaan meliputi bentuk, warna dan bau	Visual	Krim tidak berubah warna dan tidak berbau tengik saat penyimpanan	Ordinal
	Homogenitas	Suatu uji yang dilakukan untuk melihat tercampurnya komponen dalam sediaan	Visual	Homogen jika sediaan krim yang dioleskan pada kaca objek tercampur secara sempurna (Voigh, 1994)	Ordinal
	Ph	Uji untuk mengetahui angka keasaman yang dihasilkan	pH meter	Ph yang menyamai ph fisiologis kulit (SNI 16-4399-1996)	Interval
	Daya sebar	Uji untuk mengetahui luas daerah penyebaran krim	Plat kaca	Baik jika krim dapat menyebar antara 5-7 (Rahmawati <i>et al.</i> , 2010)	Interval
	Daya lekat	Uji untuk mengetahui berapa lama waktu kontak antara sediaan dengan kulit	Stopwatch	Baik jika memerlukan waktu yang lama saat dilepaskan lebih dari 10 detik (Rahmawati <i>et al.</i> , 2010)	Interval
	Viskositas	Uji untuk mengetahui	Viskometer Brookfield	Syarat mutu 2000-50.000 cps kemudian	Interval

		tingkat kekentalan krim		dikonversi dalam poise (SNI kosmetika, 1996)	
	Tipe emulsi	Tipe krim m/a dapat diamati dengan metode zat warna methylen blue	Visual	Ditetes larutan blue akan berwarna biru (m/a)	Ordinal
	Uji sentrifugasi	Uji untuk mengetahui seberapa lama sediaan dapat bertahan pada temperature kamar	Mesin sentrifugator	Krim dinyatakan stabil bila tidak terjadi <i>creaming</i> , <i>breaking</i> atau <i>inversi</i> (Lachman, 1994)	Nominal
Penerimaan volunteer	Warna, bau, kelengketan, mudah dioleskan	Uji untuk mengetahui respon suka atau tidaknya terhadap produk baru krim ekstrak daun bunga pukul empat	Kuesioner	Warna, bau kelengketan, dan mudah dioleskan sesuai mutu fisik krim	Nominal

### 3.5 Instrumen Penelitian

Instrument penelitian ini adalah alat dan bahan yang akan digunakan untuk pengumpulan data antara lain sebagai berikut:

1. Alat yang digunakan meliputi: peralatan glass, seperangkat alat, corong *bouchner*, mortar dan stamfer, cawan penguap, *waterbath*, *viscometer broukfiled*, sentrifugator, pipet, pH meter, dan jangka sorong.

Bahan yang digunakan meliputi: daun bunga pukul empat, methanol, asam stearate, cetil alkohol, triaethanilamin, glycerin, nipagin, nipasol, oleum rosae dan aquadest.

### 3.6 Formula

**Tabel. 3.2 Formula Sediaan Krim**

Formula basis krim tipe minyak dalam air (m/a) (ISFI,1997)

No	Bahan	Jumlah (%)
1	Asam stearat	25
2	Setil alkohol	1
3	Gliserin	5
4	Trietanolamin	2
5	Nipagin	0,1
6	Nipasol	0,05
7	Air suling ad	100

Formula sediaan krim

No	Bahan	Jumlah (%)
1	Ektrak daun bunga pukul empat	0,05
2	Asam stearat	15
3	Setil alkohol	2
4	Gliserin	5
5	Trietanolamin	2
6	Nipagin	0,1
7	Nipasol	0,05
8	Oleum rosae	0,5
9	Air suling ad	150

### 3.7 Prosedur Penelitian

#### 3.7.1 Determinasi

Determinasi dilakukan di UPT Materia Medika, Batu, Jawa Timur

### 3.7.2 Pembuatan Simplisia

1. Daun bunga pukul empat didapat di UPT Materia Medika, Batu, Jawa Timur
2. Daun bunga pukul empat yang didapat kemudian disortasi basah kemudian dicuci
3. Daun bunga pukul empat yang sudah dicuci kemudian ditiriskan kemudian di taruh di loyang
4. Daun bunga pukul empat kemudian dioven dengan suhu 30°C
5. Setelah dioven daun bunga pukul empat kemudian disortasi kering
6. Daun bunga pukul empat yang sudah kering kemudian digiling menggunakan mesin
7. Daun bunga pukul empat yang sudah digiling kemudian disimpan dengan wadah yang tertutup

### 3.7.3 Ekstraksi daun bunga pukul empat

Serbuk simplisia daun bunga pukul empat sebanyak 20 gram dimaserasi menggunakan 100 ml methanol selama 72 jam dengan mengaduk pada interval 24 jam. Ekstrak yang diperoleh kemudian disaring. Filtrate yang diperoleh diuapkan dengan rotary evaporator sehingga diperoleh ekstrak kental

### 3.7.4 Identifikasi Senyawa

1. Pengujian Flavonoid

Ekstrak yang telah jadi larutkan uji diambil 2ml, lalu dimasukkan kedalam tabung reaksi, kemudian dipanaskan selama 5 menit setelah itu ditambahkan HCl pekat, dan 0,2g logam Mg, jika hasil yang terbentuk memiliki warna merah tua

(magenta) dalam waktu 3 menit maka terbukti positif adanya flavonoid (Sangi , *et al.*, 2008)

## 2. Pengujian Tanin

Ekstrak yang telah jadi larutan uji diambil 1 ml lalu direaksikan dengan larutan  $\text{FeCl}_3$  bila terbentuk warna biru tua, biru kehitaman atau hitam kehijauan terbukti adanya senyawa tanin (Robinosom, 1991; Jones and Kinghorn, 2006)

## 3. Pengujian Saponin

Ekstrak yang telah jadi larutan uji ambil 2 ml, lalu dimasukkan kedalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan 10 ml air, setelah itu dikocok selama 10 detik. Bila terjadi buih selama kurang lebih 10 menit dengan tinggi 1 sampai 10cm serta tetesan HCl pekat buih tidak hilang menandakan adanya saponin (Depkes RI, 1995)

### 3.7.5 Prosedur Pembuatan Krim

1. Disiapkan alat dan bahan yang dibutuhkan
2. Ditimbang masing-masing bahan menggunakan timbangan analitik
3. Dipanaskan mortir dan stamfer dengan air panas hingga dinding mortir terasa panas
4. Dilebur fase minyak : Asam stearat, setil alkohol, sebagian TEA, nipagin, nipasol, dimasukkan kedalam cawan penguap dan panaskan diatas waterbath sampai melebur
5. Dicampurkan bagian air : gliserin,dan sisa TEA di beaker glass aduk ad homogen
6. Setelah melebur sempurna masukkan ke dalam mortir panas aduk ad homogeny

7. Dimasukkan campuran gliserin dan TEA sedikit demi sedikit kedalam campuran fase minyak didalam mortar aduk ad homogeny
8. Ditambahkan sisa aquadest diaduk kuat ad homogen
9. Setelah membentuk massa krim masukkan ekstrak daun bunga pukul empat dikit demi sedikit gerus hingga membentuk krim
10. Ditambahkan oleum rosae secukupnya sambil diaduk hingga homogeny
11. Sediaan dimasukkan kedalam tube atau lalu dilakukan uji mutu fisik krim

### 3.7.6 Evaluasi Sediaan

#### 3.7.6.1 Uji Organoleptis

Diamati menggunakan alat indra meliputi bentuk, warna dan bau sediaan vanishing cream ekstrak daun bunga pukul empat

#### 3.7.6.2 Uji Homogenitas

Dengan cara dioleskan pada kaca objek yang bersih dan kering sehingga membentuk suatu lapisan yang tipis, kemudian ditutup dengan kaca objek bila homogen maka massa krim tidak tersisa bahan padatnya atau tidak menggumpal dan teksturnya nyata. Catat hasil

#### 3.7.6.3 Uji Daya Sebar

Dengan cara krim ditimbang 1g, lalu diletakan di atas plat kaca, biarkan 1 menit, ukur diameter sebar krim, kemudian ditambah dengan beban 50g, 100g, 150g, 200g, dan 300g beban didiamkan selama 1 menit, lalu diukur diameternya.

#### 3.7.6.4 Daya lekat

Dengan cara Krim ditimbang 1g, lalu dioleskan pada plat kaca, Kedua plat ditempelkan sampai plat menyatu, diletakan dengan beban seberat 1kg selama 5 menit setelah itu dilepaskan,. Waktu dicatat sampai kedua plat saling lepas.

#### 3.7.6.5 Uji pH

Pengukuran pH dilakukan dengan menggunakan alat pH meter. Sebelum digunakan kalibrasi pH menggunakan buffer kemudian ambil krim yang mau diukur pHnya tunggu hingga angka pada pH meter tidak berubah-ubah. Dicatat hasil

#### 3.7.6.6 Uji Tipe Krim

1. Sebagian krim dilarutkan dengan air kemudian diamati. Jika krim tersebut larut air maka tipe krim yang dibuat adalah minyak dalam air, sedangkan apabila krim tersebut tidak larut dalam air maka krim tersebut termasuk tipe air dalam minyak. Catat hasil
2. Krim diteteskan pada kertas saring. Tipe m/a terjadi penyebaran dan tipe a/m tidak terjadi penyebran. Catat hasil
3. Krim ditetes larutan methylene blue akan berwarna biru (m/a)

#### 3.7.6.7 Uji Viskositas

Dipasang rotor pada viscometer dengan menguncinya berlawanan arah dengan jarum jam. Dimasukkan sampel vanishing cream ekstrak daun bunga pukul empat 30 gram yang akan diuji kedalam cup *viscometer* setelah itu spindle no 1 dipasang kemudian rotor di jalankan. Rotor mulai berputar dan jarum penunjuk viskositas secara otomatis akan bergerak kekanan. Setelah stabil, dibaca viskositas dari skala



rotor yang digunakan. Masing-masing formula di replikasi tiga kali. Catat masing-masing hasil

#### 3.7.6.8 Uji Sentrifugasi

Sampel dimasukkan tabung sentrifugasi tinggi 10 cm. diaktifkan alat sentrifugasi dengan kecepatan 3750 rpm selama waktu 5 menit, 15 menit, 30 menit, 45 menit, 60 menit, 120 menit, 180 menit, 240 menit, 300 menit. diamati krim yang sudah disentrifugasi kemungkinan terjadinya creaming atau breaking. Catat hasil kemudian dihitung hasil pengamatan dengan menggunakan rumus

$$x = \frac{t1}{t2} x 12 \text{ bulan}$$

Keterangan : x = kestabilan penyimpanan

t1= waktu hasil uji

t2= lamanya waktu pengamatan (300 menit)

### 3.8 Analisis data

Setelah data terkumpul dari hasil pengumpulan data dan kegiatan penelitian selanjutnya dilakukan menganalisis data. Dalam penelitian ini analisis data yang digunakan untuk mengetahui baik baik atau tidaknya mutu fisik vanishing cream ekstrak daun bunga pukul empat yaitu dengan membandingkan hasil uji mutu fisik sediaan vanishing cream yang telah dibuat dengan standart mutu fisik krim

Dalam uji penerimaan volunteer dilakukan untuk mengetahui tanggapan volunteer terhadap sediaan krim ekstrak daun bunga pukul empat yang dihasilkan peneliti. Agar diperoleh distribusi data yang mendekati normal, maka sebaiknya jumlah responden paling sedikit 25 orang (Arikunto, 2006 :134). Penilaian

dilakukan dengan memberikan angket/kuisisioner yang diberi skor angka. Apabila jawaban sangat baik diterima dimasyarakat mendapat nilai 4, cukup baik diterima dimasyarakat mendapat nilai 3, kurang baik diterima dimasyarakat mendapat nilai 2 dan sangat kurang baik dimasyarakat mendapat nilai 1. Kemudian dijumlahkan dan dibagi dengan skor tertinggi lalu dikalikan 100 dan dihitung nilai rata-rata yang diperoleh.

Data hasil yang didapatkan melalui penilaian volunter terhadap krim daun bunga pukul empat diolah berdasarkan kategori kesukaan krim daun bunga pukul empat dapat diterima atau tidak oleh volunter. Untuk menenukan apakah krim daun bunga pukul empat dapat diterima volunter maka dapat dihitung dengan rumus (Prakoso, 2017)

$$\text{Rumus: } N = \frac{sp}{sn} \times 100\%$$

Keterangan:

N : nilai yang dicari

Sp : nilai yang didapat x jumlah volunter

Sn : nilai tertinggi x jumlah volunter

Berdasarkan hasil pemberian skor maka dapat disimpulkan kategori krim dengan menggunakan presentase sebagai berikut (Arikunto, 2006)

1. Sangat baik jika didapatkan hasil 76 - 100 %
2. Cukup jika didapatkan hasil 50 – 75,9 %
3. Kurang jika didapatkan hasil 26 – 49,9 %
4. Sangat kurang jika didapatkan hasil 1,0 – 25,9 %

Uji volunter dilakukan pada responden dengan kriteria yang ditetapkan adalah sebaga berikut :

1. Volunter memiliki kepekaan terhadap indra penglihatan dan penciuman
2. Sehat
3. Volunter berumur 19-35 tahun
4. Wanita dan pria
5. Volunter bersedia mengikuti uji volunter hingga selesai