

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **1.1 Rancangan penelitian**

Penelitian ini merupakan penelitian deskriptif yang bertujuan untuk mengetahui mutu fisik salep ekstrak daun ubi jalar merah. Pengujian sediaan salep ini meliputi uji pH, uji homogenitas, uji organoleptis, uji daya sebar, uji daya lekat, uji viskositas dimana pada penelitian ini ingin mengetahui mutu fisik sediaan salep ekstrak daun ubi jalar merah dengan variasi konsentrasi ekstrak 2%, 4%, dan 8%.

Rancangan penelitian ini meliputi penentuan formula, persiapan alat dan bahan serta penyusunan prosedur kerja, meliputi tahap determinasi daun ubi jalar merah, pengumpulan daun ubi jalar merah, pembuatan simplisia daun ubi jalar merah, proses ekstraksi daun ubi jalar merah. Pembuatan sediaan salep sesuai dengan prosedur, pengujian salep meliputi uji organoleptis, uji homogenitas, pengukuran pH, uji daya lekat, uji daya sebar dan Viskositas.

#### **3.2 Populasi dan sampel**

##### **3.2.1 Populasi penelitian**

Populasi penelitian ini adalah sediaan salep ekstrak daun ubi jalar merah

##### **3.2.2 Sampel penelitian**

Sampel penelitian ini adalah sediaan salep ekstrak daun ubi jalar merah dengan variasi konsentrasi ekstrak 2%, 4% dan 8%

### **3.3 Lokasi dan waktu penelitian**

Sampel daun ubi jalar merah diambil di Malang, pembuatan simplisia daun ubi jalar merah dilakukan di Laboratorium Farmakognosi Akademi Farmasi Putra Indonesia Malang. Proses ekstraksi daun ubi jalar merah dilakukan dengan maserasi serta pengujian skrining fitokimia dilakukan di Laboratorium Farmakognosi Akademi Farmasi Putra Indonesia Malang. Sedangkan untuk pembuatan sediaan salep ekstrak daun ubi jalar merah dengan variasi konsentrasi ekstrak 2%, 4%, dan 8% dengan basis PEG dan uji evaluasi sediaan dilakukan di Laboratorium Farmasetika Akademi Farmasi Putra Indonesia Malang.

### **3.4 Definisi operasional variabel**

Variabel operasional dalam penelitian ini adalah variabel bebas dan variabel terikat. Variabel bebas dalam penelitian ini adalah variasi konsentrasi salep ekstrak daun ubi jalar merah yaitu 2%, 4%, dan 8. Variabel terikat dalam penelitian ini adalah mutu fisik sediaan salep dari ekstrak daun ubi jalar merah. definisi operasional variabel disajikan pada 3.4.

**Tabel 3.1 Definisi Operasional Uji Mutu Fisik Salep**

Mutu fisik	Sub variabel	Defenisi	Alat ukur	Hasil ukur
Mutu fisik	organoleptis	Keadaan fisik salep yang meliputi bentuk warna dan bau	Panca indra	Sediaan salep bentuk setengah padat,memiliki bau khas (tidak tengik) ( Depkes RI,1979),
	pH	Parameter yang menunjukan sifat asam atau basa sediaan salep	pH indikator	pH salep di sesuaikan dengan pH kulit antara 4,5 -6,5 (Ditjen POM,1979), pH 4,5- 5
	Daya sebar	Parameter yang di lakukan untuk mengetahui daya sebar salep saat di oleskan	Kaca preparat	Daya sebar salep yang baik 5-7 cm (Maulidaniar dkk,2011)
	Homogenitas	Pengujian untuk mengetahui tercampurnya bahan bahan yang di gunakan dalam formula secara merata	Panca indra	Homogen bila salep di oleskan pada lempeng kaca menunjukan hasil yang merata (Depkes Ri,1979)
	Daya lekat	Parameter untuk mengetahui daya lekat salep	Kaca perparat dan alat test beban	Waktu pelepasan dari objek glass 60 detik (Depkes ,2013)
	Viskositas	Suatu uji yang di lakukan untuk mengetahui kekentalan sediaan	viskometer brookfield	2000-5000cp (SNI 16-4399-1996)

### 3.5 Instrumen Penelitian

Instrumen penelitian adalah semua alat dan bahan pengamatan mutu fisik sediaan salep ekstrak daun ubi jalar merah. Adapun alat dan bahan yang di gunakan dalam melakukan penelitian ini sebagai berikut

#### 3.5.1 Alat

Peralatan yang di lakukan dalam penelitian ini adalah : Anaktimbangan, timbangan analitik, mortar, s temper, oven, glass ware, viscometer brookflend, pipet, gelas ukur, corong pisah , *waterbatch*.

### 3.5.2 Bahan

Bahan yang di gunakan dalam penelitian ini adalah daun ubi jalar merah, PEG 4000, PEG 400, Nipagin, Oleum citri, Etanol 70%, HCl, Mg, FeCl1 3%

### 3.5.3 Formula Salep Ekstrak Daun Ubi Jalar Merah

**Tabel 3.2 Formula Salep Ekstrak Daun Ubi Jalar Merah**

Bahan	Formula I	Formula II	Formula III	Fungsi
Ekstrak daun ubi jalar merah	2%	4%	8%	Bahan aktif
PEG 4000	39,128%	38,328%	36,728%	Basis salep
PEG 400	58,692%	57,492%	55,092%	Basis salep
Nipagin	0,18%	0,18%	0,18%	Pengawet
Na Benzoat	qs	Qs	qs	Pengaroma

### 3.5.4 Perhitungan Formula Salep

**Tabel 3.3 Formula Untuk 100 g Salep Ekstrak Daun Ubi Jalar Merah**

Bahan	Formula I	Formula II	Formula III	Fungsi
Ekstrak daun ubi jalar merah	2 g	4 g	8 g	Bahan aktif
PEG 400	39,128g	38,328g	36,728 g	Basis salep
PEG 4000	58,692g	57,492 g	55,092g	Basis salep
Nipagin	0,18 g	0.18g	0,18g	Pengawet
Oleum citri	qs	Qs	qs	Pengaroma

### 3.5.5 Karakteristik bahan

1. Polietilenglikol 400 (FI III hal 504, Handbook of Pharmaceutical Excipient edisi 6 hal 517).

Rumus Molekul:  $H(O-CH_2-CH_2)_nOH$ . Berat Molekul: 380-420.

Pemerian : Cairan kental jernih ; tidak berwarna atau praktis tidak berwarna; bau khas lemah; agak higroskopis. Kelarutan : Larut dalam air, dalam etanol 95% P, dalam glikol lain. Titik Beku :  $4^{\circ}$  C sampai  $8^{\circ}$  C. Khasiat : Basi salep, pelarut. Konsentrasi: Sampai 30% v/v. OT : Tidak bercampur dengan beberapa zat pewarna. Stabilitas : Dapat disterilkan dengan autoklaf, filtrasi dan penyinaran sinar gamma. Penyimpanan: Wadah tertutup rapat.

2. PEG 4000(Polietilen glikol) (FI III hal 506, Handbook of Pharmaceutical Excipient edisi 6 hal 517)

Rumus Molekul:  $H(O-CH_2-CH_2)_nOH$ . Berat Molekul : 3000-3700.

Pemerian : Serbuk licin putih atau potongan putih kuning gading; praktis tidak berbau; tidak berasa. Kelarutan : Mudah larut dalam air, dalam etanol (95%) P. Titik Lebur :  $50^{\circ}$  sampai  $58^{\circ}$  C. OTT : Tidak bercampur dengan beberapa zat pewarna. Stabilitas : Dapat disterilkan dengan autoklaf, filtrasi dan penyinaran sinar gamma. Khasiat : Basis salep, pelarut. Penyimpanan : Wadah tertutup rapat.

3. Nipagin

Pemerian hablur kecil, tidak berwarna atau serbuk hablur putih, tidak berbau atau berbau khas lemah, mempunyai sedikit rasa terbakar. Kelarutan sukar larut dalam air, dalam benzena dan dalam karbon tetraklorida, mudah larut dalam

etanol dan eter. penyimpanan dalam wadah tertutup rapat. Khasiat presifatif. Kadar 0,12-0,18%. (FI IV hal. 551)

#### 4. Oleum Citri (*essence*)

Berat jenis (bj) : 0,850 g – 0,856 g ~ V/1 mL. Pemerian : Cairan kuning pucat / kuning kehijauan bau khas rasa pedas dan agak pahit. Kelarutan: Larut dalam 12 bagian volume etanol (90%), larutan agak berepalesensi dapat bercampur dengan etanol mutlak. Penyimpanan : dalam wadah terisi penuh dan tertutup rapat terlindung dari cahaya ditempat sejuk. Khasiat dan penggunaan : *essence*. (FI III hal 455)

### 3.6 Pengumpulan Data

#### 3.6.1 Determinasi tanaman ubi jalar merah

1. Menyiapkan tanaman yang akan dideterminasikan yaitu tanaman ubi jalar merah.
2. Dicocokkan morfologi tanaman ubi jalar merah yang digunakan pada kunci determinasi.
3. Ditemukan genus dan spesies.
4. Kemudian dibuktikan oleh Lembaga penelitian Materia Medika Batu

#### 3.6.2 Pembuatan simplisia daun ubi jalar merah

1. Dicuci bersih daun ubi jalar merah
2. Dilakukan pemisahan kotoran-kotoran dari daun ubi jalar merah
3. Dilakukan pencucian
4. Dikeringkan daun ubi jalar merah dengan cara tidak terkena langsung sinar matahari

5. Setelah kering dilakukan sortasi kering untuk memisahkan kotoran yang ada pada saat pengeringan.
6. Ditimbang simplisia kering daun ubi jalar merah
7. Kemudian daun ubi jalar merah yang telah kering diblender sampai terbentuk serbuk halus dan siap diekstraksi.

### 3.6.3 Pembuatan ekstrak daun ubi jalar merah

1. Serbuk simplisia daun ubi jalar merah ditimbang 700 gram dimasukkan dalam bejana maserasi dan ditambah dengan pelarut etanol 70% sebanyak 4,9 L sampai seluruh serbuk terendam
2. Rendam selama 5 hari dan terlindung dari cahaya, sambil berulang-ulang diaduk.
3. Disaring dan dipisahkan antara filtrat dan residu.
4. Residu direndam lagi dengan pelarut etanol 70% sebanyak 2.5 L sampai terendam selama 48 jam, dan disaring lagi, kedua filtrat yang diperoleh disatukan dan dievaporasi dengan evaporator pada suhu 75 °C.
5. Hasil evap dikentalkan lagi menggunakan *waterbath* pada suhu 65°C, kemudian hasil pemekatan diambil dan ditimbang, selanjutnya ekstrak siap digunakan untuk sediaan gel.

### 3.6.4 Skrining fitokimia ekstrak daun ubi jalar merah

#### 3.6.4.1 Identifikasi senyawa flavonoid

1. Dimasukkan Sampel ekstrak daun ubi jalar merah sebanyak 0,5 g kedalam tabung reaksi
2. Ditambahkan aquadest sebanyak 10 ml
3. Dipanaskan, kemudian dinginkan dan saring

4. Diambil 1 ml kemudian ditambahkan 3 tts HCl pekat dan serbuk logam Mg
5. Diamati adanya warna merah sampai jingga, menunjukkan adanya flavonoid (Marliana, dkk., 2005)

#### 3.6.4.2 Identifikasi senyawa saponin

1. Dimasukkan Sampel ekstrak daun ubi jalar merah sebanyak 0,5 g kedalam tabung rekasi
2. Ditambahkan 2 mL akuades lalu dikocok selama 30 detik
3. Diamati perubahan yang terjadi.
4. Apabila terbentuk busa yang stabil (tidak hilang selama 30 detik) dan pada penambahan 1 tetes asam klorida 2 N, buih tidak hilang. Maka identifikasi menunjukkan saponin (Marliana, dkk., 2005 dalam Fajarullah, dkk., )

#### 3.6.4.3 Identifikasi senyawa tanin

1. Dimasukkan Sampel ekstrak daun ubi jalar merah sebanyak 0,5 g kedalam tabung reaksi
2. Ditambahkan dengan aquadest 10 ml
3. Dipanaskan, kemudian dinginkan dan saring
4. Diambil 1 ml dari filtratnya, kemudian ditambahkan 3 tetes pereaksi  $\text{FeCl}_3$  1%
5. Diamati perubahan yang terjadi, terbentuk warna hijau kehitaman, menunjukkan adanya senyawa tanin (Marliana, dkk., 2005)

#### 3.6.4.4 Identifikasi senyawa alkaloid

Uji alkaloid dilakukan dengan metode Mayer, Dragendrof dan Wagner.



1. Ekstrak daun ubi jalar merah sebanyak 0,5 gram kemudian ditambahkan HCl 2N sebanyak 1 mL
2. Tambahkan aquadest 9 mL lalu dikocok dan disaring.
3. Dipanaskan selama 2 menit kemudian larutan tersebut dibagi menjadi 3 pada tabung reaksi.
4. Tabung A ditetesi 1 mL pereaksi Wagner menghasilkan endapan coklat
5. Tabung B ditetesi 1 mL pereaksi Mayer menghasilkan endapan putih
6. Tabung C ditetesi 1mL pereaksi Dragendrof menghasilkan endapan jingga coklat.

#### 3.6.5 Pembuatan sediaan salep ekstrak daun ubi jalar merah

1. Disiapkan alat dan bahan
2. Disetarakan timbangan
3. Ditimbang ekstrak kental sesuai konsentrasi, PEG4000, PEG 400, Nipagin.
4. Kemudian larutkan Nipagin dengan PEG 400
5. Lalu leburkan PEG 4000 dan campuran PEG 400 di atas tangas air
6. Lalu aduk sampai dingin
7. Setelah itu tambahkan ekstrak daun ubi jalar merah kedalam campuran basis tersebut,lalu diaduk sampai homogen
8. Setelah homogen di tambahkan oleum citri sedikit demi sedikit dalam campuran tersebut
9. Kemudian di lakukan pengujian salep

### 3.6.6 Evaluasi sediaan salep ekstrak daun ubi jalar merah

Evaluasi sediaan salep dari ekstrak daun ubi jalar merah ini meliputi;

#### 1. Uji pH

Pengukuran pH dilakukan dengan cara mencelupkan kertas indikator sampai batas celupan beberapa saat hingga terjadi perubahan warna pH, kemudian membandingkan perubahan warna apa yang terjadi dengan warna pada indikator

#### 2. Uji homogenitas

Uji homogenitas dilakukan dengan cara mengoleskan sediaan pada kaca objek tipis tipis, tutup dengan kaca objek lain dan amati homogenitas sediaan. Jika dioleskan pada sekeping atau bahan transparan lain harus menunjukkan susunan yang homogen (Depkes RI, 1979),

#### 3. Uji organoleptik

Uji organoleptik adalah suatu proses pengujian untuk mengetahui homogenitas bau dan warna dalam suatu sediaan. Dalam uji organoleptik ini dapat dilakukan secara visual, sehingga tidak membutuhkan alat (Lachman, 1994).

#### 4. Uji daya sebar

Uji daya sebar dilakukan dengan cara ditimbang 500 mg salep dan diletakkan di tengah atas kaca bulat, sebelumnya ditimbang dahulu kaca yang lain dan diletakkan kaca tersebut di atas salep dan dibiarkan selama 1 menit. Kemudian berapa diameter salep yang menyebar dengan mengambil panjang rata-rata diameter dari beberapa sisi. Kemudian ditambahkan 300g beban tambahan kemudian dicatat diameter salep yang menyebar.

## 5. Uji viskositas

Uji viskositas adalah untuk mengetahui kekentalan dari suatu sediaan, dimana viskositas berkaitan dengan salep, pengujian viskositas dilakukan dengan alat viskositas brokfield

Berikut prosedur untuk menguji alat brokfield

1. Dipasang isotester pada iscotescs
2. Diturunkan alat pengukur skala sampai batas rotor tecelup kedalam zat. Dipasang stop kontak
3. Dinyalakan rotor sambil menekan tombol
4. Dibiarkan jarum menara berputar dan lihat pada skala
5. Di acalah angka yang ditunjukkan oleh jarum tersebut

## 6. Uji daya lekat

Uji daya lekat di lakukan untuk mengetahui daya lekat salep pada kulit

Uji daya lekat dilakukan dengan cara:

1. Diletakan sediaan salep pada 2 kaca objek yang telah ditentukan
2. Ditekan dengan beban 1 kg selama 5 menit
3. Dipasang alat test beban, diberikan beban 80 gram dan kemudian dicatat waktu pelepasan dari gelas objek

### **3.7 Analisis Data**

Dalam penelitian ini analisis data dilakukan dengan mengamati hasil penelitian mutu fisik sediaan salep dari ekstrak daun ubi jalar merah variasi konsentrasi ekstrak yang berbeda. Kemudian untuk melihat apakah terdapat perbedaan konsentrasi yang memenuhi mutu fisik sediaan antara konsentrasi ekstrak 2%, 4%, dan 8% Kemudian dibandingkan dengan Literatur.