

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Rancangan Penelitian

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimental yang bertujuan untuk mengetahui mutu fisik sediaan krim ekstrak biji salak dengan variasi konsentrasi emulgator. Adapun tahapan-tahapan dalam penelitian ini yaitu tahap persiapan, tahap pelaksanaan dan tahap akhir.

Tahap persiapan meliputi persiapan alat dan bahan yang dibutuhkan dalam pembuatan sediaan krim ekstrak biji salak (*Salacca zalacca* (Gaertn.) Voss.). Selanjutnya proses yang dilakukan adalah ekstraksi dengan metode maserasi untuk memperoleh ekstrak biji salak (*Salacca zalacca* (Gaertn.) Voss.), yang kemudian akan diolah menjadi sediaan krim. Pengujian sediaan krim meliputi uji organoleptis (bentuk, warna dan aroma), uji homogenitas, uji pH, uji daya lekat, uji tipe emulsi, uji sentrifugasi, uji daya sebar dan uji viskositas. Dari tahap pelaksanaan ini akan diperoleh data-data dari hasil pengujian sediaan krim tersebut. Selanjutnya dilakukan proses penarikan kesimpulan dari hasil data penelitian

3.2 Populasi dan Sampel

3.2.1 Populasi

Populasi dalam penelitian ini adalah krim ekstrak biji salak (*Salacca zalacca* (Gaertn.) Voss.).

3.2.2 Sampel

Sampel adalah sebagian atau wakil dari populasi yang akan diteliti. Sampel dalam penelitian ini adalah 9 buah sediaan krim 100g dengan ekstrak biji salak (*Salacca zalacca* (Gaertn.) Voss.) dengan variasi konsentrasi emulgator

3.3 Lokasi dan Waktu Penelitian

Lokasi penelitian ini dilakukan di Laboratorium Farmakognosi dan Farmasetika Akademi Farmasi Putra Indonesia Malang. Waktu penelitian dilakukan pada bulan januari sampai maret 2020.

3.4 Definisi Operasional Variabel

Dalam penelitian ini terdapat variabel bebas dan variabel terikat. Variabel bebas dalam penelitian ini adalah formula krim ekstrak biji salak (*Salacca zalacca* (Gaertn.) Voss.). sedangkan variabel terikatnya adalah mutu fisik krim ekstrak biji salak meliputi uji organoleptis (bentuk, warna dan aroma), uji homogenitas, uji pH, uji daya lekat, uji tipe krim, uji sentrifugasi, uji daya sebar,dan uji viskositas.

Tabel 3. 1 Definisi Operasional Variabel

Variabel	Sub variabel	Definisi	Hasil ukur	Alat ukur	Skala ukur
Mutu fisik sediaan krim	Organoleptis	Pengamatan secara langsung bentuk, warna, dan bau dari krim (Anggraini, 2017)	Bentuk, warna dan bau (Anggraini, 2017).	Visual	Ordinal
	Homogenitas	Uji homogenitas untuk mengetahui daya homogenitas dari sediaan krim (GWP Sari, Supartono, 2014)	Tidak terasa adanya bahan padat atau butiran pada kaca (Rahman, <i>et al.</i> , 2013).	Kaca objek	Nominal.
	pH	Pengujian pH untuk nilai keasaman dari sediaan kosmetik yang dibuat (Hasibuan <i>et al.</i> 2014).	Standar 4,5-8.(Hasibuan <i>et al.</i> 2014).	pH meter.	Nominal.
	Daya lekat	Daya lekat kemampuan dari suatu sediaan untuk melekat dalam jangka waktu lama saat dipakai (Hasibuan <i>et al.</i> 2014).	Daya lekat yang baik pada waktu 2–300 detik (Betageri <i>and</i> Prabhu, 2002).	Kaca objek.	Nominal.
	Tipe emulsi	Tipe krim untuk mengetahui tipe emulsi	Tipe minyak dalam air M/A. Atau air dalam minyak A/M	Beaker gelas	Ordinal.
Sentrifugasi	Sentrifugasi untuk mengetahui kestabilan	Tidak terjadi pemisahan fase	Sentrifugator	Ordinal.	

	sediaan emulsi dengan cara mengamati pemisahan fase(Pambudi, 2013)	minyak dan air		
Daya sebar	Daya sebar untuk mengetahui penyebaran sediaan ke permukaan kulit untuk (Hasibuan <i>et al.</i> 2014).	5-7 cm (Anggraini, 2017).	Kaca objek.	Nominal.
Viskositas	Viskositas kemampuan sediaan untuk mengalir, (Hasibuan <i>et al.</i> 2014).	SNI 16-4399-1996 (2000-50000 cPS).	Viskom eter Brookfield.	Nominal.

3.5 Pengumpulan Data

Pengumpulan data meliputi beberapa tahapan yang harus dilakukan dalam penelitian ini adalah pembuatan formulasi, determinasi biji salak, pembuatan simplisia biji salak, pembuatan ekstrak salak dan pembuatan sediaan krim.

3.5.1 Formulasi

Formula Vanishing Krim (Anief, 2013).

R/ Acid stearic	15
Cera albi	2
Vaselin albi	8
Triatehanolamin	1,5
Propilenglikol	8
Aquadest	ad 100

Tabel 3. 2 Formulasi Krim Ekstrak Biji Salak (*Salacca zalacca* (Gaertn.) Voss.)

Bahan	Formula		
	I	II	III
Ekstrak biji salak	6,83%	6,83%	6,83%
Asam stearat	10 %	15%	20%
Trietanolamin	1 %	1,5 %	2 %
Cera albi	2 %	2 %	2 %
Vaselin albi	8 %	8 %	8 %
Propilen glikol	8 %	8 %	8 %
Metil paraben	0,15 %	0,15 %	0,15 %
Aquades	ad 100 g	ad 100 g	ad 100 g

Keterangan : Sediaan krim yang dibuat sebanyak 100 g.

3.5.2 Alat dan Bahan

Adapun alat-alat yang digunakan pada penelitian ini meliputi timbangan analitik, rotary evaporator, waterbath, gelas ukur, batang pengaduk, cawan penguap, aluminium foil, kertas saring, sudip.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu ekstrak biji salak, asam stearat, trietanolamin, gliserin, nipagin, dan aquades.

3.6 Prosedur Penelitian

Dalam metode penelitian ini dilakukan beberapa prosedur penelitian diantaranya prosedur pembuatan simplisia biji salak, prosedur pembuatan ekstrak biji salak, prosedur pembuatan sediaan krim ekstrak biji salak, dan prosedur pengujian mutu fisik dari sediaan krim ekstrak biji salak.

3.6.1 Determinasi

Determinasi biji salak (*Salacca zalacca* (Gaertn.) Voss.) dilakukan di Materia Medica Batu.

3.6.2 Pembuatan Simplisia Biji Salak

Pembuatan simplisia diawali dengan cara menimbang biji salak sebanyak 1 kg . Biji tersebut kemudian dicuci bersih dan dipotong menjadi 8 bagian dengan menggunakan pisau bendo. Potongan biji tersebut selanjutnya dikeringkan dalam lemari pengering selama 8 jam pada suhu 60°C. Potongan yang sudah kering dihaluskan menjadi serbuk menggunakan alat blender dan kemudian diayak sehingga menghasilkan serbuk biji salak dengan ukuran yang homogen (Werdayani et al., 2017).

3.6.3 Pembuatan Ekstrak Biji Salak

Ekstrak etanol dibuat dengan maserasi menggunakan serbuk biji salak sebanyak 600 gram dalam toples dengan pelarut etanol 70% (perbandingan serbuk : pelarut adalah 1:10). Maserasi dilakukan dengan pengadukan secara berkala pada suhu kamar selama dua hari dengan remaserasi setiap 24 jam. Hasil maserasi berupa maserat, disaring dengan menggunakan kertas saring untuk memisahkan maserat dengan ampasnya. Maserat yang telah disaring dipisahkan dengan menggunakan *rotaryevaporator*, pada suhu 60°C, kecepatan 60 rpm, dan tekanan 175 mbar. Hingga diperoleh ekstrak kental (Werdayani et al., 2017).

3.6.4 Identifikasi Senyawa Fitokimia

3.6.4.1 Uji Flavonoid

Ekstrak sebanyak 0,3 g dikocok dengan 3 ml n-heksana berkali-kali sampai ekstrak n-heksana tidak berwarna. Residu dilarutkan dalam etanol dan dibagi menjadi dua bagian masing-masing disebut sebagai IIA dan IIB

Larutan IIA sebagai blanko, larutan IIB ditambah larutan 0,5 ml HCl pekat dan 4 potong magnesium. Diamati perubahan warna yang terjadi. Diencerkan dengan air suling, kemudian ditambahkan 1 ml butanol. Diamati warna yang terjadi disetiap lapisan. Perubahan warna merah jingga menunjukkan adanya flavon, merah pucat menunjukkan adanya flavonol, merah tua menunjukkan adanya flavonon (Dr.Bilal et al., 2019).

3.6.5 Pembuatan Sediaan Krim

1. Siapkan alat dan bahan
2. Panaskan mortir dan stemper
3. Timbang seluruh bahan
4. Dilebur fase minyak (asam stearat, cera alba, dan vaselin album) dimasukkan dalam cawan penguap, dipanaskan diatas waterbath ad lebur
5. Fase air : TEA + propilen glikol dilarutkan dalam sebagian aquades.
6. Fase minyak masukkan dalam mortir panas, gerus ditambah fase air gerus ad homogen sampai terbentuk basis krim

7. Ditambahkan ekstrak biji salak, gerus ad homogen
8. Ditambahkan metil paraben, gerus ad homogen
9. Ditambahkan sisa aqudest ad 100g, gerus ad homogen
10. Masukkan kedalam wadah

3.6.6 Uji Mutu Fisik Sediaan

A. Uji Organoleptik

1. Diamati sediaan meliputi bentuk, warna dan bau (Dhase, *et al.*, 2014)

B. Uji Homogenitas

1. oleskan sejumlah tertentu krim pada plat kaca atau bahan transparan lain yang cocok, diraba dan digosokkan.
2. Massa krim harus menunjukkan susunan homogen yaitu tidak terasa adanya bahan padat atau butiran pada kaca (Rahman, *et al.*, 2013).

C. Uji pH

1. Pengujian pH dilakukan dengan cara menekan tombol “ON” pada pH meter
2. Kalibrasi alat ke dalam pH meter
3. Lalu diukur dengan pH meter dengan cara mencelupkan elektroda kedalam krim dan catat hasilnya
4. Krim memenuhi syarat pH produk pelembab kulit jika berkisar antara 4,5-8,0 (Mulyani *et al.*, 2018).

D. Uji Daya Lekat

1. Uji daya lekat dilakukan dengan menimbang sediaan 0,25g lalu diletakkan di atas gelas obyek. Gelas obyek yang lain diletakkan di atas sediaan tersebut.
2. Beban 1 kg ditekankan selama 5 menit di atas sediaan. Kemudian gelas obyek dirakitkan pada alat tes. Beban seberat 80 gram pada alat uji dijatuhkan
3. lalu dicatat waktunya hingga kedua gelas obyek tersebut terlepas (Latifah dkk., 2016; Rahmawati dkk., 2010). Daya lekat yang baik pada waktu 2–300 detik (Betageri *and* Prabhu, 2002).

E. Uji Tipe Emulsi

1. Tipe emulsi ditentukan dengan metode pengenceran, yaitu emulsi diteteskan kedalam tabung reaksi yang berisi air.
2. Bila terjadi campuran sediaan yang homogen dilihat dari air yang terdapat di dalam tabung reaksi maka emulsi berjenis minyak dalam air atau O/W. Bila tidak homogen dilihat dari air yang terdapat di dalam tabung reaksi yang tidak tercampur dengan baik maka emulsi berjenis air dalam minyak atau W/O (Rinaldy, 2018)

F. Uji Sentrifugasi

1. Sampel krim dimasukkan ke dalam tabung sentrifugasi kemudian dimasukkan ke dalam alat sentrifugator.
2. Sampel disentrifugasi pada kecepatan 3750 rpm selama 5 jam. Setelah disentrifugasi, diamati apakah terjadi pemisahan atau tidak (Rieger M, 2000).

G. Uji Daya Sebar

1. Uji daya sebar dilakukan dengan menimbang krim seberat 0,5 g
2. Letakkan pada tengah kaca objek dan kaca objek lain diletakkan diatas krim
3. Diberi pemberat hingga 150g dan didiamkan 1 menit tiap penambahan pemberat
4. Catat hasil diameter penyebarannya . Krim memenuhi syarat jika daya sebar berada pada rentang 5-7 cm (Mulyani et al., 2018).

H. Uji Viskositas

1. Disiapkan Viskometer Brookfield.
2. Masukkan sediaan dalam beaker glass
3. Masukkan spindel dalam beaker glass
4. Diamati jarum penunjuk visikositas.
5. Setelah stabil, kemudian dibaca pada skala yang terdapat pada viskometer tersebut (Mardikasari *dkk.*, *et al* 2017). Krim memenuhi syarat jika viscositas berada pada rentang SNI 2000-50.000 (16-4399-1996) (DSN,1996).

3.7 Analisis Data

Dari data yang diperoleh dari setiap pengujian mutu fisik kemudian dibandingkan dengan syarat uji yang telah ditetapkan di literatur.