

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Rancangan Penelitian**

Penelitian ini merupakan jenis penelitian eksperimental yang bertujuan untuk mengetahui mutu fisik dan nilai SPF krim ekstrak temugiring dengan metode spektrofotometri UV-Vis. Rancangan penelitian ini meliputi tahap persiapan, tahap pelaksanaan, dan tahap akhir.

Tahap persiapan meliputi penentuan populasi dan sampel, penyiapan alat serta pengumpulan bahan. Tahap pelaksanaan meliputi pembuatan ekstrak temugiring, uji fitokimia (tanin, kurkumin dan flavonoid), pembuatan krim ekstrak temugiring, pengujian mutu fisik dan analisis nilai SPF menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis. Tahap akhir meliputi pengumpulan data, menganalisa data, serta membuat kesimpulan.

#### **3.2 Populasi dan Sampel**

Populasi yang digunakan pada penelitian ini adalah krim ekstrak temugiring. Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagian dari krim ekstrak temugiring dengan konsentrasi 5%, 7,5%, dan 10%.

#### **3.3 Lokasi dan Waktu Penelitian**

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Farmakognosi dan Laboratorium Farmasetika Akademi Farmasi Putra Indonesia Malang pada bulan Februari – Mei 2021.

#### **3.4 Definisi Operasional Variabel**

Dalam penelitian ini terdapat variabel bebas dan variabel terikat. Variabel bebas dalam penelitian ini adalah krim ekstrak temugiring. Variabel terikat dalam penelitian ini adalah mutu fisik dan nilai SPF. Definisi operasional variabel dalam penelitian ini dapat dilihat pada tabel 3.1 sebagai berikut :

**Tabel 3.1 Definisi Operasional Variabel**

Variabel	Sub Variabel	Definisi	Hasil ukur	Alat ukur	Skala ukur
Variabel terikat : mutu fisik dan nilai SPF krim ekstrak temugiring	Organoleptis	Keadaan fisik krim ekstrak temugiring yang meliputi bentuk, warna dan bau.	Sediaan krim yang baik memiliki aroma khas, tidak berbau tengik, serta tidak terjadi perubahan warna.	Indera penglihatan, penciuman, dan peraba.	Nominal
	Homogenitas	Tercampurnya komponen dalam krim ekstrak temugiring	Sediaan menunjukkan tercampurnya bahan atau tidak.	Visual	Nominal
	pH	Derajat keasaman krim ekstrak temugiring	pH sediaan krim disesuaikan dengan pH kulit antara 4,5-8 (SNI 16-4399-1996)	pH meter	Nominal
	Daya sebar	Kemampuan krim ekstrak temugiring menyebar pada kulit	Daya sebar yang baik jika krim dapat menyebar luas antara 5-7 cm.	Gelas objek	Nominal
	Nilai SPF dari krim ekstrak temugiring	Krim yang mengandung ekstrak temugiring	Nilai SPF	Spektrofotometer	Nominal

### 3.5 Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan meliputi timbangan analitik, spektrofotometer, tabung reaksi, beaker glass, erlenmeyer, mortir dan stamper, pH meter, kaca objek, wadah sampel, cawan penguap, seperangkat alat maserasi, dan rotary evaporator vakum.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi serbuk simplisia rimpang temugiring, aquades, etanol 96%, etanol 70%, FeCl<sub>3</sub>, asam borat, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat, serbuk Mg, HCl pekat, parafin liquid, nipasol, nipagin, propilen glikol, TEA, asam stearat, setil alkohol, cera alba dan aquadest.

### **3.6 Prosedur Penelitian**

#### **3.6.1 Ekstraksi Temugiring**

Serbuk temugiring ditimbang sebanyak 800 gram. Serbuk kemudian diekstraksi dengan pelarut etanol 96% sebanyak 8 liter menggunakan metode maserasi dan perendaman serbuk dilakukan selama tiga hari sambil sesekali diaduk. Filtrat hasil maserasi kemudian diuapkan pelarutnya menggunakan rotary evaporator pada suhu 60°C hingga volume filtrat berkurang. Filtrat kemudian diletakkan di cawan penguap dan diuapkan diatas waterbath hingga bobot ekstrak tetap (Saputra *et al.*, 2019).

#### **3.6.2 Uji Kualitatif Tannin**

0,5 gram ekstrak dilarutkan 10 ml aquadest kemudian disaring. Filtrate kemudian dimasukkan kedalam tabung reaksi dan ditambahkan 2-3 tetes larutan FeCl<sub>3</sub> 1%. Hasil positif ditunjukkan dengan terbentuknya warna hitam kebiruan atau hijau (Sastrawan *et al.*, 2013).

#### **3.6.3 Uji kualitatif Kurkumin**

Ekstrak ditambahkan dengan pereaksi asam HCl dan pereaksi basa boraks. Adanya kurkuminoid didapatkan warna kuning atau merah kecoklatan (Rismayani *et al.*, 2016).

#### 3.6.4 Uji Kualitatif Flavonoid

2 ml ekstrak dimasukkan kedalam tabung reaksi. Selanjutnya ditambahkan 0,5 ml HCl pekat dan 0,5 g serbuk Mg. Adanya flavonoid ditandai dengan warna merah tua (magenta) dalam waktu 3 menit (Sastrawan *et al.*, 2013).

#### 3.6.5 Formula Krim

**Tabel 3.2 Formula krim**

Nama Bahan	Formula		
	F1	F2	F3
Ekstrak temugiring	5 %	7,5%	10%
Parafin liquidum	5%	5%	5%
Nipasol	0,02%	0,02%	0,02%
Nipagin	0,12%	0,12%	0,12%
Propilen glikol	20%	20%	20%
TEA	2%	2%	2%
Asam stearat	5%	5%	5%
Setil alkohol	2%	2%	2%
Cera alba	20%	20%	20%
Aquadest	ad 100 ml	ad 100 ml	ad 100 ml

#### 3.6.6 Pembuatan Krim

1. Fase minyak (asam stearat, paraffin liq, setil alkohol, TEA dan cera alba) dimasukkan kedalam cawan porselen dan dilelehkan diatas water bath pada suhu 70°C (campuran pertama).
2. Fase air (propilen glikol, nipasol, dan nipagin) dilarutkan dalam air panas pada suhu 70°C di beaker glass (campuran kedua).
3. Fase air dimasukkan ke dalam fase minyak sedikit demi sedikit sambil terus diaduk sampai terbentuk massa krim.

4. Krim diaduk hingga mencapai suhu kamar.
5. Setelah dingin ekstrak etanol temugiring dimasukkan sedikit demi sedikit ke dalam basis sambil terus diaduk hingga homogen.

### 3.6.7 Uji Mutu Fisik

#### 1. Uji Organoleptis (Kumalasari *et al.*, 2020)

Krim diamati secara organoleptis meliputi bau, warna, dan tekstur yaitu diambil sedikit sediaan krim. Lalu diamati bau, warna dan tekstur krim. Dicatat hasilnya.

#### 2. Uji Homogenitas (Kumalasari *et al.*, 2020)

Diambil 0,5 gram krim. Diletakkan diatas *objek glass* dan bagian atasnya ditutup dengan *cover glass*. Diamati homogenitasnya. Dicatat hasilnya.

#### 3. Uji daya sebar (Sari *et al.*, 2018).

Diletakkan krim ditengah *objek glass* sebanyak 0,5 gram. Diletakkan kaca penutup diatas massa krim. Ditambahkan beban sebanyak 50 gram, 100 gram dan 150 gram. Didiamkan selama 1 menit. Diukur diameter krim yang menyebar. Dicatat hasilnya.

#### 4. Uji pH (Nailufa and Najih, 2020)

Ditimbang 1 gram krim. Diencerkan dengan 10 mL aquadest. Dilakukan pengukuran pH dengan menggunakan pH meter. Dilihat hasil dan dicatat hasilnya. Diulangi sebanyak 3 kali.

#### 5. Uji tipe krim (Voight, 1984)

Metode yang digunakan untuk mengamati tipe emulsi pada sediaan krim dilakukan dengan dua cara yaitu menggunakan metode pengenceran dan pewarnaan. Metode pengenceran, yaitu dengan melarutkan krim dalam air dan minyak. Jika krim dapat larut dalam air, maka krim tersebut merupakan krim *o/w*. Sebaliknya, jika krim larut dalam minyak, maka krim tersebut termasuk krim *w/o*. Pada metode pewarnaan sampel ditambahkan dengan *metilen blue*. Apabila sampel berwarna biru menandakan krim bertipe minyak dalam air.

#### 3.6.8 Penentuan nilai SPF

Penentuan nilai SPF krim ekstrak temugiring dilakukan dengan beberapa tahap sebagai berikut (Rahman dan Solandjari, 2018) :

1. Preparasi alat dan sampel.
2. Krim ekstrak temugiring diencerkan menjadi 1000 ppm, dengan cara masing-masing krim ekstrak etanol temugiring (5%, 7,5% dan 10%) ditimbang sebanyak 0,025 gram, ditambahkan etanol 70% sebanyak 25 ml dan dicampur hingga homogen.
3. Spektrofotometer dikalibrasi dahulu dengan menggunakan etanol 70% sebagai blanko.
4. Etanol 70% sebanyak 1 ml dimasukkan kedalam kuvet kemudian kuvet dimasukkan kedalam spektrofotomer untuk proses kalibrasi.
5. Kurva serapan uji dalam kuvet dibuat dengan panjang gelombang 290-320 nm.

### 3.7 Analisa Data

Analisa data sediaan krim dari ekstrak temugiring didapatkan dari hasil uji evaluasi mutu fisik dan kimia meliputi uji organoleptis, homogenitas, daya sebar, pH dan penentuan nilai SPF yang selanjutnya disesuaikan dengan literatur. Untuk

megetahui pengaruh penambahan konsentrasi ekstrak temugiring terhadap nilai SPF, maka data nilai SPF yang diperoleh dianalisis dengan uji statistik menggunakan uji varian satu arah *One Way Anova*. Untuk menghitung nilai SPF berdasarkan persamaan Mansur :

$$\text{SPF} = \text{CF} \times \sum_{290}^{320} \text{EE} (\lambda) \times \text{I} (\lambda) \times \text{absorbansi} (\lambda)$$

CF = Faktor Korelasi

EE = Spektrum Efek Eritema

I = Spektrum Intensitas Cahaya

Abs = Absorbansi sampel tabir surya

Nilai EE x I adalah konstanta. Nilainya dari panjang gelombang 290-320 nm dan setiap selisih 5 nm telah ditentukan seperti tabel berikut :

**Tabel 3.3 Nilai EE x I (Dutra *et al.*, 2004)**

<b>Panjang Gelombang (nm)</b>	<b>Nilai EE x I</b>
290	0,015
295	0,0817
300	0,2874
305	0,3278
310	0,1864
315	0,0839
320	0,018
<b>Total</b>	<b>1</b>

Keefektifan tabir surya berdasarkan nilai SPF dapat dilihat pada tabel berikut :

**Tabel 3.4 Keefektifan Tabir Surya (Damogalad *et al.*, 2013)**

<b>SPF</b>	<b>Kategori Proteksi Tabir Surya</b>
2-4	Proteksi minimal
4-6	Proteksi sedang
6-8	Proteksi ekstra
8-15	Proteksi maksimal
$\geq 15$	Proteksi ultra