

BAB III

METODELOGI PENELITIAN

A. Rancangan Penelitian

Jenis penelitian yang dilakukan adalah eksperimental di laboratorium. Penelitian ini dilakukan dengan melakukan formulasi sediaan krim ekstrak daun tua jambu biji (*Psidium guajava* L.) dengan variasi konsentrasi ekstrak (0%, 7,5%, 10% dan 12,5%) dan mengevaluasi sifat organoleptis, homogenitas, pH, daya sebar dan stabilitas kemudian dianalisis menggunakan analisis univariat.

B. Subyek Penelitian

Subyek penelitian pada penelitian ini adalah sediaan krim ekstrak daun tua jambu biji (*Psidium guajava* L.) yang akan diformulasikan menjadi 4 konsentrasi yang berbeda yaitu 0% (F₀) sebagai pembanding (kontrol negatif), 7,5% (F₁), 10% (F₂) dan 12,5% (F₃).

C. Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Farmasetika dan Laboratorium Farmakognosi Jurusan Farmasi Politeknik Kesehatan Tangjungkarang, Laboratorium Botani Jurusan Biologi FMIPA Universitas Lampung pada bulan Maret hingga Mei 2021.

D. Alat dan Bahan

1. Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah mikroskop, neraca analitik, kaca arloji, beaker glass (100 ml, 250 ml dan 500 ml), gelas ukur 50 ml, cawan porselen 100 ml, mortir dan stamper, sudip, batang pengaduk, spatula, pipet tetes, kaca objek, corong gelas, kertas saring, *rotary evaporator* merk Buchi, *waterbath*, nampan, pisau, blender, pH meter, penggaris, aluminium foil, dan wadah krim.

2. Bahan

Bahan tumbuhan yang digunakan dalam penelitian ini adalah daun tua jambu biji (*Psidium guajava* L.) yang diambil di jalan IR Sutami, Perumahan Wisma Gunung Sugih Besar, Blok C No 15 Sekampung Udik Lampung. Daun yang dipilih yaitu daun jambu biji yang sudah tua berada di 2-3 daun dari pangkal ranting dan memiliki permukaan licin, berwarna hijau tua dan tekstur keras.

Bahan kimia yang digunakan antara lain: kloralhidrat, etanol 96%, emulsifying wax, asam stearat, setil alkohol, parafin cair, gliserin nipasol, nipagin, aquadest, dan Buffer pH 7,0 dan 4,0.

E. Prosedur Kerja Penelitian

1. Identifikasi Tanaman

Identifikasi tanaman secara mikroskopis dilakukan di Laboratorium Farmakognosi Jurusan Farmasi Poltekkes Tanjung Karang untuk mengidentifikasi kebenaran sampel daun jambu biji (*Psidium guajava* L.).

2. Pembuatan simplisia

- a. Dipilih daun tua jambu biji (*Psidium guajava* L.) yang berada di 2-3 daun dari pangkal ranting dan memiliki permukaan licin, berwarna hijau tua dan tekstur keras.
- b. Dilakukan sortasi basah dengan memilah daun tua jambu biji dari daun tua jambu biji yang sudah tak layak lagi maupun dari kotoran-kotoran.
- c. Kemudian cuci bersih daun tua jambu biji menggunakan air mengalir.
- d. Masukkan daun tua jambu biji yang sudah dicuci bersih ke dalam oven pada suhu 70°C sampai daun mengering (daun berubah warna menjadi coklat, rapuh dan mudah hancur).
- e. Lakukan sortasi kering dengan cara pemilahan daun tua jambu biji dari bahan yang rusak, atau terkena kotoran.
- f. Perhalus daun tua jambu biji dengan cara menumbuk atau menggunakan blender menjadi partikel-partikel yang lebih kecil lagi, masukkan dalam wadah.

3. Pembuatan ekstrak daun jambu biji
 - a. Ditimbang simplisia sebanyak 1 kg dengan menggunakan neraca analitik dimasukkan ke dalam beaker glass.
 - b. Ditambahkan etanol 96% sebanyak 7 L menggunakan beaker glass.
 - c. Diaduk menggunakan batang pengaduk, tutup rapat dengan aluminium foil, diampkan ditempat sejuk dan terlindung dari cahaya matahari langsung selama 3 hari, diaduk setiap 24 jam sekali, kemudian disaring dan dipisahkan hasil saringan dan endapan (maserat 1).
 - d. Direndam kembali dengan 3,5 L etanol 96% selama 2 hari dan diaduk setiap 24 jam sekali, kemudian disaring kembali, hasil saringan akhir (maserat 2).
 - e. Dicampurkan maserat 1 dengan maserat 2 lalu diuapkan seluruh maserat dengan menggunakan alat *rotary evaporator* hingga diperoleh ekstrak kental.
4. Formula basis krim yang direncanakan (Dewi;dkk,2020) yang sudah di modifikasi

Emulsifying wax	3%
Asam stearat	8%
Setil alkohol	1,5%
Parafin	20%
Gliserin	3%
Propil paraben	0,02%
Metil paraben	0,18%
Aquadest ad	50 ml

Tabel 3.1 Formula Krim ekstrak daun jambu biji (*Psidium guajava* L.) sediaan 20 gram dalam %

Komponen	Fungsi	Formula (%)			
		F ₀	F ₁	F ₂	F ₃
Ekstrak daun jambu biji	Zat aktif	-	7,5	10	12,5
Fase A (Fase Minyak)					
Emulsifying Wax	Emulgator	3	3	3	3
Asam stearat	Emulgator	8	8	8	8
Setil alkohol	Emulgator	1,5	1,5	1,5	1,5

Komponen	Fungsi	Formula (%)			
		F ₀	F ₁	F ₂	F ₃
Parafin cair	Emolien	20	20	20	20
Nipasol	Pengawet	0,02	0,02	0,02	0,02
Fase B (Fase Air)					
Gliserin	Humektan	3	3	3	3
Nipagin	Pengawet	0,18	0,18	0,18	0,18
Aquadest	Pelarut	64,3	56,8	54,3	51,8

Tabel 3.2 Formula krim ekstrak daun jambu biji (*Psidium guajava* L.) sediaan 20 gram dalam gram

Komponen	Fungsi	Formula (gram)			
		F ₀	F ₁	F ₂	F ₃
Ekstrak daun jambu biji	Zat aktif	-	1,5	2	2,5
Fase A (Fase Minyak)					
Emulsifying Wax	Emulgator	0,6	0,6	0,6	0,6
Asam stearat	Emulgator	1,6	1,6	1,6	1,6
Setil alkohol	Emulgator	0,3	0,3	0,3	0,3
Parafin cair	Emolien	4	4	4	4
Nipasol	Pengawet	0,004	0,004	0,004	0,004
Fase B (Fase Air)					
Gliserin	Humektan	0,6	0,6	0,6	0,6
Nipagin	Pengawet	0,036	0,036	0,036	0,036
Aquadest	Pelarut	12,86 ml	11,36	10,86	10,36

5. Pembuatan krim

a. Pembuatan krim tanpa ekstrak (F₀)

- 1) Disiapkan alat dan bahan.
- 2) Ditimbang masing-masing bahan sesuai formulasi.
- 3) Dilebur Fase A (emulsifying wax, asam stearat, setil alkohol, parafin cair dan nipasol) pada cawan porselen di atas penangas air pada suhu 70-75°C.

- 4) Dipanaskan aquades, kemudian dilarutkan nipagin dan gliserin ke dalamnya pada suhu 70-75°C. Dimasukkan Fase A ke dalam mortir pada suhu yang sama.
 - 5) Dimasukkan sedikit demi sedikit Fase B ke dalam mortir.
 - 6) Digerus cepat pada lumpang yang panas hingga terbentuk korpus emulsi
 - 7) Dimasukkan krim yang dihasilkan ke dalam wadah krim.
 - 8) Dilakukan evaluasi krim berupa organoleptik, homogenitas, pH, daya sebar dan stabilitas.
- b. Pembuatan krim dengan ekstrak (F1, F2 dan F3)
- 1) Disiapkan alat dan bahan.
 - 2) Ditimbang masing-masing bahan sesuai formulasi.
 - 3) Dilebur Fase A (emulsifying wax, asam stearat, setil alkohol, parafin cair dan nipasol) pada cawan porselen di atas penangas air pada suhu 70-75°C.
 - 4) Dipanaskan aquades, kemudian dilarutkan nipagin dan gliserin ke dalamnya pada suhu 70-75°C.
 - 5) Dimasukkan Fase A ke dalam mortir pada suhu yang sama.
 - 6) Dimasukkan sedikit demi sedikit Fase B ke dalam mortir.
 - 7) Digerus cepat pada lumpang yang panas hingga terbentuk korpus emulsi.
 - 8) Dimasukkan krim yang dihasilkan ke dalam wadah krim.
 - 9) Dimasukkan ekstrak kental daun jambu biji dalam korpus emulsi sedikit demi sedikit, digerus hingga homogen.
 - 10) Dimasukkan krim yang dihasilkan ke dalam wadah krim.
 - 11) Dilakukan evaluasi krim berupa organoleptik, homogenitas, pH, daya sebar dan stabilitas.

6. Pengulangan

Pengulangan pada penelitian ini (Hanafiah, 2011:6) adalah :

$$(t-1)(r-1) \geq 15$$

$$(4-1)(r-1) \geq 15$$

$$3r - 3 \geq 15$$

$$r \geq 6$$

Keterangan :

t = jumlah perlakuan

r = jumlah pengulangan

Pada penelitian ini dirancang 4 formula yaitu, F₀, F₁, F₂ dan F₃, dengan masing-masing 3 kali pengulangan.

7. Evaluasi krim

a. Evaluasi organoleptik

Pengamatan menggunakan panca indera untuk mendeskripsikan warna, tekstur dan aroma dari sediaan krim. Pengamatan organoleptik dilakukan oleh peneliti

b. Evaluasi homogenitas

Sediaan diamati secara subjektif dengan cara mengoleskan sedikit krim di atas kaca objek dan diamati susunan partikel yang terbentuk atau ketidakhomogenan partikel terdispersi dalam krim yang terlihat pada kaca objek

c. Evaluasi pH

Evaluasi pH pada sediaan krim yang telah dibuat dilakukan oleh peneliti. Hal pertama yang dilakukan adalah melarutkan sediaan yang ditimbang sebanyak 1 gram dengan aquades 10 ml. Kemudian dilakukan kalibrasi terhadap pH meter yang akan digunakan. Cara mengukur pH adalah sebagai berikut :

- 1) Dilarutkan serbuk buffer pH 4,01 dan buffer pH 7,00 dengan aquadest.
- 2) Dihidupkan pH meter dengan menggeser tombol on kekanan yang ada di atas pH meter.
- 3) Dichelupkan elektroda ke dalam larutan buffer pH 4,01 tunggu hingga angka tidak berubah. Jika pH belum sesuai dengan angka pH pada buffer yang digunakan di setting pH meter menggunakan alat berupa obeng kecil dan setting sesuai angka buffer pH.
- 4) Dichelupkan elektroda ke dalam buffer pH 7,00 dilakukan hal yang sama pada saat dicelupkan pada buffer pH 4,01.

d. Evaluasi daya sebar

Evaluasi daya sebar dilakukan dengan cara sebanyak 1 gram sediaan diletakkan dengan hati-hati di atas kaca berukuran 20 x 20 cm dan diberikan

pemberat 125 gram di atasnya, kemudian diukur diameter yang terbentuk setelah 1 menit. Daya sebar 5-7 cm menandakan konsistensi sediaan semisolid yang nyaman digunakan.

e. Evaluasi stabilitas

Pemeriksaan stabilitas krim dilakukan terhadap adanya perubahan warna, tekstur dan aroma (organoleptik) terhadap masing-masing sediaan selama penyimpanan 4 minggu pada hari ke 1, 7, 14 dan hari ke 21. Kemudian diamati perubahan organoleptik (warna, tekstur dan aroma), daya sebar dan pemisahan fase.

F. Teknik Pengumpulan Data

Pada penelitian ini dilakukan evaluasi organoleptik, homogenitas, pH, daya sebar dan stabilitas.

Evaluasi organoleptik dilakukan oleh peneliti meliputi warna, tekstur dan aroma formulasi krim. Data dikumpulkan dengan tabel checklist.

Evaluasi homogenitas meliputi penilaian terhadap krim ekstrak daun tua jambu biji dilakukan untuk mengetahui susunan partikel dan mengetahui ada tidaknya butir-butir kasar. Pada evaluasi ini teknik pengumpulan data dilakukan dengan metode checklist yang dilakukan oleh peneliti lalu data dimasukkan ke tabel dengan memberi kode 1=homogen, 2=tidak homogen.

Evaluasi pH dilakukan oleh peneliti dengan pengukuran menggunakan pH meter terhadap formulasi krim untuk seluruh sediaan. Pengumpulan data dicatat nilai pH yang tertera pada pH meter.

Evaluasi daya sebar dilakukan dengan pengukuran diameter penyebaran pada setiap penambahan beban, saat sediaan berhenti menyebar (dengan waktu tertentu secara teratur) untuk seluruh sediaan menggunakan penggaris dengan satuan *centimeter (cm)* dan dicatat ukuran diameternya.

Evaluasi stabilitas diamati penampilan krim berupa perubahan organoleptik (warna, tekstur dan aroma), daya sebar dan pemisahan fase selama 4 minggu pada suhu kamar. Pada evaluasi ini teknik pengumpulan data dilakukan dengan metode checklist yang dilakukan oleh peneliti lalu data dimasukkan ke tabel.

G. Pengolahan dan Analisis Data

1. Pengolahan Data

Pengolahan data dalam penelitian dilakukan secara manual dan juga menggunakan komputer. Data yang didapat dibandingkan dengan persyaratan yang ada pada literatur berdasarkan penilaian peneliti, dengan melalui proses:

a. *Editing*

Pengecekan kembali data yang diperoleh dari hasil pengamatan. Pengecekan dilakukan terhadap semua lembar pengujian yang meliputi evaluasi organoleptik, evaluasi homogenitas, evaluasi pH, evaluasi daya sebar dan evaluasi stabilitas dengan memeriksa kelengkapan data untuk diproses lebih lanjut.

b. *Coding*

Setelah data di edit dilakukan pengkodean yakni mengubah kalimat atau huruf menjadi dua angka atau bilangan yang dimaksudkan untuk memudahkan dalam melakukan analisis.

c. *Entrying*

Data-data yang telah selesai di *editing* dan *coding* selanjutnya dimasukkan ke dalam aplikasi pengolahan angka dan kata untuk dianalisis. Data dimasukkan ke dalam komputer pengolah tabel dan data disesuaikan dengan kode yang sudah dimasukkan untuk masing-masing evaluasi seperti evaluasi organoleptis, evaluasi homogenitas, pH, daya sebar dan evaluasi stabilitas lalu dianalisis untuk mendapatkan persentase.

d. *Tabulasi*

Setelah data dianalisis, hasil yang diperoleh dibuat dalam bentuk tabel untuk mempermudah menganalisis dan disajikan dalam bentuk grafik agar lebih mudah dalam pemahaman.

2. Analisa Data

Analisis data dalam penelitian ini menggunakan analisis univariat yang dilakukan terhadap setiap variabel dari hasil penelitian. Analisis ini menampilkan hasil penilaian berupa nilai rata-rata dari masing-masing variabel untuk menghasilkan distribusi frekuensi dan persentase dari tiap-tiap variabel. Analisis univariat digunakan untuk menggambarkan semua variabel

yaitu organoleptik, homogenitas, pH, evaluasi daya sebar dan evaluasi stabilitas yang akan dibandingkan dengan literatur (Notoatmodjo, 2012:182).