

BAB III METODE PENELITIAN

A. Rancangan Penelitian

Metode yang digunakan penelitian ini yaitu analisis eksperimental, yang menjadi bagian dari analisis kuantitatif. Tujuan dari pendekatan eksperimental ini adalah untuk menguji kausalitas dengan metode ini melibatkan manipulasi satu hingga lebih variabel dalam beberapa kelompok eksperimen, hasil yang diperoleh akan dibandingkan didalam kelompok kontrol yang tidak mengalami manipulasi. Manipulasi mengacu pada perubahan sistematis pada variabel independen, dan istilah "perlakuan" sering digunakan untuk merujuk pada variabel independen setelah dimodifikasi (Payadnya dan Jayantika, 2018:1).

Penelitian ini melibatkan perancangan, formulasi, dan evaluasi sediaan *lotion* yang menggunakan ekstrak daun salam (*Syzygium polyanthum (Wight) Walp*) dengan konsentrasi 3%, 6%, 9%, dan 12%, serta konsentrasi 0% yaitu negatif atau perbandingan. Dilakukan pengujian terhadap sifat fisik, termasuk uji organoleptis, homogenitas, pH, daya sebar, dan stabilitas pada sediaan *lotion* tersebut. Pengulangan pada eksperimen ini (Hanafiah, 2011:9) adalah:

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

$$(5 - 1)(r - 1) \geq 15$$

$$4r - 5 \geq 15$$

$$4r \geq 15 + 5$$

$$4r \geq 20$$

$$r \geq \frac{20}{4} = 5$$

Keterangan:

t = jumlah perlakuan

r = jumlah pengulangan

Pada penelitian ini dilakukan 5 perlakuan yaitu F0, F1, F2, F3 dan F4 dengan 5 kali pengulangan dibuat sebanyak 25 *tube lotion* dengan berat 30 gram.

B. Subjek Penelitian

Subjek penelitian ini mencakup formulasi *lotion* menggunakan ekstrak daun salam (*Syzygium polyanthum (Wight) Walp.*) sebagai antioksidan yang dimodifikasi dengan konsentrasi 3%, 6%, 9%, dan 12%, serta konsentrasi 0% pada basis tanpa ekstrak sebagai kelompok pembanding.

C. Lokasi dan Waktu

1. Lokasi

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Farmakognosi, Laboratorium Farmasetika jurusan Farmasi Politeknik Kesehatan Tanjung Karang.

2. Waktu

Penelitian akan dilakukan pada bulan April hingga Mei 2024.

D. Pengumpulan Data

1. Cara Pengumpulan Data

Pada penelitian ini formulasi *lotion* diuji yang menggunakan beberapa pengujian antara lain uji organoleptik, uji homogenitas, pengukuran pH, uji daya sebar, dan uji stabilitas fisik.

Pada uji organoleptis mencakup evaluasi terhadap warna, aroma, dan tekstur secara visual atau dengan menggunakan indera manusia sebagai alat utama. Tes sensorik ini penting untuk mengukur penerimaan produk dan mengungkapkan tanda-tanda pembusukan, kerusakan, atau masalah lain yang mungkin terjadi pada produk. Dalam pengujian ini metode pengumpulan data dengan cara melakukan uji organoleptis warna dari sediaan *lotion* yaitu terdiri dari: 1=putih 2=hijau kecoklatan 3=hijau tua, aroma yang diperoleh dari sediaan *lotion* yang terdiri dari : 1= aroma khas ekstrak 2=aroma *oleum rosae* 3=tidak ada aroma, tekstur yang diperoleh dari sediaan *lotion* yang terdiri dari: 1=semi padat sulit dituang 2=semi padat 3=semi padat cenderung cair (Iskandar, Sidabutar, Leny, 2021:18).

Pada uji homogenitas bertujuan untuk memeriksa bahan aktif sudah campur secara merata dengan bahan dasar, sehingga efek pengobatannya maksimal. Uji keseragaman dilakukan dengan cara mengambil 1 g basis

lotion dari setiap formula, kemudian dioleskan pada plat kaca, disentuh, dan digosok. Massa *lotion* memiliki komposisi yang seragam, sehingga tidak ada padatan atau partikel-partikel kasar yang ada di plat kaca. Hasil yang diperoleh akan dimasukkan ke formulir pengumpulan data menggunakan kode 1=tidak homogen dan kode 2= homogen (Tarigan dan Panggabean,2020:86)

Pengujian pH dilakukan untuk mengevaluasi penggunaan sediaan *lotion* agar aman tidak menyebabkan iritasi pada kulit. Pengujian menggunakan pH meter yang sebelumnya telah dikalibrasi dengan larutan *buffer* pH 4,5 dan pH 6,5. Alat pH kemudian dibersihkan dengan aquadest dan lap dengan *tissue*. Untuk mengukur pH, ambil 1 g sediaan *lotion* dan encerkan dengan 10 ml air suling. Selanjutnya, gunakan pH meter untuk mengukur pH sediaan *lotion* (Iskandar, Sidabutar, Leny, 2021: 18). pH *lotion* yang berkualitas harus berada dalam rentang pH kulit manusia, yaitu antara 4,5 hingga 8 (Iskandar, Sidabutar, Leny, 2021: 18). pH *lotion* yang sesuai dengan kriteria tersebut harus berada dalam rentang pH kulit manusia, yaitu antara 4,5 hingga 8 (SNI-16-4399-1996).

Pada uji daya sebar yang dilakukan peneliti, uji daya sebar dilakukan dengan meletakkan 0,5 g *lotion* pada bagian tengah aplikator diameter 15 cm, kaca yang satu diletakkan di atasnya dan biarkan selama 1 menit. Kemudian ukur diameter *lotion* yang menyebar diukur, tambahkan beban 50 gram dan biarkan selama selama 1 menit, kemudian tambahkan beban 100 gram selama 1 menit dan ukur diameter *lotion* yang menyebar. Hasil tersebut kemudian dimasukkan kedalam formulir pengumpulan dengan mencatat diameter masing-masing sediaan pada setiap ulangan dan kemudian menghitung rata-rata diameter sediaan. Syarat sediaan mempunyai jangkauan sebaran yang baik adalah 5-7 cm (Nugraha, Sari, Wasiaturrahmah, 2022:600).

Pada uji stabilitas fisik dilakukan dengan menyimpan formulasi *lotion* pada suhu kamar (25-35°C). Kemudian dilakukan pengamatan terhadap organoleptik, homogenitas, pH dan daya sebar pada hari 1, 7, 14, 21 dan 28 diamati setiap minggu sekali. Stabilitas yang baik dicapai apabila tidak terjadi perubahan pada uji organoleptis homogenitas, pH dan daya sebar selama penyimpanan (Hidayati., dkk, 2021:315).

2. Alat dan Bahan

a. Alat

Peralatan yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah pisau, nampan, *copper*, neraca analitik, kaca objek, alat daya sebar, sudip, kaca arloji, pipet tetes, spatula, anak timbangan, penggaris, batang pengaduk, cawan porselen, corong gelas, gelas ukur, mortir dan stamper, *beaker glass*, *erlenmeyer*, pH meter, penangas air, *rotary evaporator* dan wadah *tube lotion*.

b. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah ekstrak daun salam (*Syzygium polyanthum (Wight) Walp*) yaitu etanol 96%, trietanolamin (TEA), asam stearate, setil alkohol, propilen glicol, paraffin cair, methil paraben, *oleum rosae*, propil paraben dan aquadest.

3. Prosedur Kerja Penelitian

a. Identifikasi Tanaman

Daun salam (*Syzygium polyanthum (Wight) Walp*) ini dikumpulkan dari Sukarame Kecamatan Belalau Kabupaten Lampung Barat. Identifikasi tanaman tersebut dilakukan di Laboratorium Botani Unila, dan diketahui memiliki nama botani (*Syzygium polyanthum (Wight) Walp*).

b. Pembuatan simplisia Daun Salam (*Syzygium polyanthum (Wight) Walp*) (Depkes Republik Indonesia, 2017)

- 1) Pengumpulan bahan baku akan diolah menjadi simplisia (daun salam), daun yang digunakan sudah siap dipetik terlebih dahulu dan tidak layu.
- 2) melakukan penyortiran basah untuk memisahkan daun yang kering.
- 3) Penjemuran tidak langsung (daun salam ditutupi kain hitam di bawah sinar matahari hingga mengering).
- 4) Perajangan dikerjakan secara memotong kecil-kecil hingga diperoleh irisan atau potongan tipis yang sesuai.
- 5) Penyortiran kering dilaksanakan dengan memilih bahan baku yang bebas dari kerusakan atau kontaminasi.

- 6) Kemudian, daun salam dihaluskan menggunakan cara ditumbuk atau dengan *copper* hingga mencapai ukuranyang halus, dan dimasukkan ke dalam wadah.
- c. Pembuatan ekstrak daun salam (*Syzygium polyanthum (Wight) Walp*) (Depkes Republik Indonesia, 2017)
- 1) Timbang 2000 g bubuk simplisia dengan menggunakan timbangan digital, kemudian serbuk simplisia dimasukkan ke dalam wadah kaca.
 - 2) Tambahkan 14.000 mL etanol 96% lalu tutup dengan alumunium foil.
 - 3) Kemudian rendam dalam etanol dan biarkan hingga 3 hari sambil diaduk, jauhkan dari sinar matahari.
 - 4) Setelah 3 hari hasil rendaman disaring dan diperas, dibagi ke dalam wadah berbeda dan disimpan.
 - 5) Lalu rendam kembali ampas dalam 7000 mL etanol 96% diaduk rata, tutup dengan *alumunium foil* dan biarkan hingga 2 hari sambil diaduk, jauhkan dari sinar matahari.
 - 6) Kemudian disaring dan dipisahkan sisa dari hasilnya, maserat pertama dan maserat kedua diuapkan dengan *rotary evaporator*, kemudian hasil penguapan diuapkan dalam penangas air hingga diperoleh ekstrak yang kental.
- d. Skrining fitokimia pada ekstrak daun salam (*Syzygium polyanthum (Wight) Walp*) (Marjoni, 2019:10).
- 1) Skrining fitokimia Alkaloid
 - a) Timbang 0,5 g ekstrak kemudian tambahkan 1 ml asam klorida 2 N dan 9 ml air suling.
 - b) Panaskan dalam penangas air selama 2 menit, kemudian dinginkan dan saring
 - c) Ambil filtrat 3 tetes, kemudian tambahkan 2 tetes pereaksi Mayer, alkaloid positif ditunjukkan dengan terbentuk endapan putih /kuning.
 - d) Ambil filtrat 3 tetes filtrat, kemudian tambahkan 2 tetes pereaksi Bouchardat, alkaloid positif ditunjukkan dengan endapan coklat-hitam.

e) Ambil filtrat 3 tetes filtrat, kemudian tambahkan 2 tetes pereaksi Dragendrof, alkaloid positif ditunjukkan dengan endapan merah bata.

2) Skrining fitokimia Flavanoid

a) Timbang 10 gr ekstrak lalu tambahkan 100 ml air panas, kemudian didihkan selama 5 menit dan saring panas.

b) Ambil 5 ml hasil filtrat, tambahkan 0,1 gr serbuk Mg, 1 ml HCL pekat dan 2 ml amil alkohol, lalu kocok rata dan dibiarkan memisah.

c) Flavonoid dianggap positif bila muncul warna merah/kuning/jingga pada lapisan amil alkohol.

3) Skrining fitokimia Saponin

a) Timbang 0,5 gr ekstrak ke dalam tabung reaksi dan tambahkan 10 ml aquadest panas.

b) Dinginkan lalu kocok kuat-kuat hingga terbentuk busa selama 10 detik selama minimal 10 menit hingga tinggi 1-10 cm.

c) Saponin dianggap positif jika ditambahkan 1 tetes larutan asam klorida 2 N jika busa tidak hilang dalam waktu 10 menit.

4) Skrining fitokimia Tanin

a) Timbang 0,5 gr ekstrak disari dengan 10 ml aquadest, lalu disaring.

b) Filtratnya kemudian diencerkan dengan aquadest sampai tidak berwarna.

c) Ambil 2 ml pengencer, kemudian tambahkan 1 sampai 2 tetes pereaksi besi (III) klorida (FeCl_3).

d) Tanin dianggap positif apabila membentuk warna biru atau hijau kehitaman.

5) Skrining fitokimia Terpenoid

a) Timbang 1 gr ekstrak direndam dalam 20 ml n-heksan selama 2 jam, kemudian disaring.

b) Filtratnya diuapkan dalam cawan evaporasi.

c) Pada sisa penguapan, tambahkan 2 tetes asam asetat anhidrat dan 1 tetes asam sulfat pekat.

- d) Amati perubahan warna yang muncul hingga terjadi perubahan warna.
- e) Steroid dan triterpenoid dianggap positif apabila timbul warna ungu atau merah kemudian berubah menjadi hijau biru.

e. Formulasi *Lotion*

Konsentrasi ekstrak yang digunakan pada formulasi daun Salam (*Syzygium polyanthum (Wight) Walp*) adalah 3%, 6%, 9% dan 12%, dan 0% sebagai kontrol negatif. Formula yang digunakan adalah formula dasar *lotion* (Utami.,dkk, 2021:79).

Tabel 2. 2 Formula Basis *Lotion*

Komposisi	Penggunaan	Formulasi (%)
TEA	pengemulsi	1%
Asam stearate	pengemulsi	3%
Setil alcohol	pengental	2%
Propilen glikol	<i>humektan</i>	15%
Parafin cair	<i>emolient</i>	2,5%
Metil paraben	pengawet	0,04%
<i>Aqua rosae</i>	pewangi	3 Tetes
propil paraben	pengawet	0,04%
aquadest	pelarut	Ad 100

Tabel 2. 3 Formula Dasar Sediaan *Lotion* Daun Salam (*Syzygium polyanthum (Wight) Walp*)

Komposisi	Penggunaan	Formulasi (%)
Daun salam	zat aktif	0
TEA	pengemulsi	1%
Asam stearate	pengemulsi	3%
Setil alcohol	pengental	2%
Propilen glikol	<i>humektan</i>	15%
Parafin cair	<i>emolient</i>	2,5%

Komposisi	Penggunaan	Formulasi (%)
Metil paraben	pengawet	0,04%
<i>Aqua rosae</i>	pewangi	3 Tetes
propil paraben	pengawet	0,04%
Aquadest	pelarut	Ad 100

Tabel 2. 4 Formula Sediaan *Lotion* Daun Salam (*Syzygium polyanthum* (Wight) Walp) untuk sediaan 30 Gram

Komposisi	Fungsi	Komposisi Formula (gram)				
		F 0 (gram)	F1 (gram)	F2 (gram)	F3 (gram)	F4 (gram)
Daun salam	zat aktif	0	0,9	1,8	2,7	3,6
TEA	pengemulsi	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
Asam stearate	pengemulsi	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9
Setil alcohol	pengental	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6
Propilen glikol	<i>humektan</i>	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5
Metil paraben	pengawet	0,012	0,012	0,012	0,012	0,012
<i>Aqua rosae</i>	pewangi	3	3	3	3	3
propil paraben	pengawet	0,012	0,012	0,012	0,012	0,012
aquadest	pelarut	22,898	21,998	21,098	20,198	19,298

f. Penimbangan Bahan

Formula untuk konsentrasi 3%, 6%, 9% dan 12%.

- 1) Siapkan alat dan bahan.
- 2) Timbang 0,6 gram setil alcohol dalam kaca arloji menggunakan timbangan analitik.
- 3) Timbang 0,9 gram asam stearate ke dalam kaca arloji menggunakan timbangan analitik.
- 4) Ambil 0,75 gram parafin cair dan masukkan ke dalam cawan porselen dengan timbangan analitik.
- 5) Ambil 4,5 gram propilen glikol dan masukkan ke dalam cawan porselen timbangan analitik.
- 6) Timbang 0,012 gram metil paraben dalam kaca arloji dengan analitik.

- 7) Timbang 0,012 gram propil paraben dalam kaca arloji dengan timbangan analitik.
 - 8) Ambil aquadest 22,898 mL (F0), 21,998 gram (F1), 21,098 mL (F2), 20,198 mL (F3) dan 19,298 mL (F4) dengan gelas ukur.
- g. Pembuatan sediaan *lotion* ekstrak daun salam (*Syzygium polyanthum (Wight) Walp* dengan konsentrasi 3%, 6%, 9% dan 12% dengan 5 kali pengulangan dibuat sebanyak 25 *tube* dengan berat 30 gram dengan cara sebagai berikut :
- 1) Persiapkan peralatan dan bahan yang diperlukan.
 - 2) Timbang bahan sesuai dengan formulasi yang ditentukan.
 - 3) Leburkan fase minyak (parafin cair, setil alkohol, asam stearate dan propil paraben) didalam cawan porselen di atas *waterbath* dengan suhu 75°C.
 - 4) Panaskan fase air (propilen glikol, aquadest, dan metil paraben) didalam cawan porselen di atas *waterbath* dengan suhu 75°C.
 - 5) Campurkan fase minyak ke dalam fase air di dalam mortir aduk hingga terbentuk emulsi.
 - 6) Tambahkan aquadest sisa sedikit demi sedikit pada suhu 60°C, kemudian aduk hingga homogen.
 - 7) Pada suhu 40°C, tambahkan ekstrak daun salam (*Syzygium polyanthum (Wight) Walp*) dan tiga tetes *oleum rosae* hingga tercium aroma *oleum rosae oil* pada *lotion*. Proses penambahan bahan ini dilakukan sambil terus mengaduk hingga terbentuk massa *lotion* yang homogen.
 - 8) Lakukan pengujian pH pada emulsi, dan jika pH tidak berada dalam kisaran 4,5 sampai 6,5, sesuaikan pH dengan TEA dengan melarutkan 1 gram TEA dalam 10 mL aquadest lalu celupkan pH meter sampai mencapai pH yang diinginkan.
 - 9) Jika pH emulsi sudah berada dalam kisaran yang tepat, tidak perlu menambahkan TEA.
 - 10) Masukkan sediaan *lotion* ke dalam wadah kemasan *tube*.
 - 11) Lakukan proses yang sama untuk konsentrasi lain dan lakukan evaluasi.

h. Evaluasi *Lotion*

Untuk mengetahui karakteristik *lotion* dilakukan evaluasi sebagai berikut:

1) Uji Organoleptik

Uji organoleptis mencakup evaluasi terhadap warna, aroma, dan tekstur secara visual atau dengan menggunakan indera manusia sebagai alat utama. Tes sensorik ini penting untuk mengukur penerimaan produk dan mengungkapkan tanda-tanda pembusukan, kerusakan, atau masalah lain yang mungkin terjadi pada produk. Dalam pengujian ini metode pengumpulan data dilakukan dengan mengamati warna dari sediaan *lotion* yang terdiri dari tiga jenis yaitu: 1=putih 2=hijau kecoklatan 3=hijau tua, bau yang dihasilkan dari sediaan *lotion* meliputi tiga kategori yaitu : 1=aroma khas ekstrak 2=aroma *oleum rosae* 3=tidak ada aroma, tekstur yang diperoleh dari sediaan *lotion* meliputi tiga kategori yaitu: 1=semi padat sulit dituang 2=semi padat 3=semi padat cenderung cair (Iskandar, Sidabutar, Leny, 2021:18).

2) pH

Pengujian pH dilakukan supaya mengevaluasi keamanan penggunaan sediaan *lotion* agar tidak menyebabkan iritasi pada kulit. Pengujian dengan pH meter yang sebelumnya telah dikalibrasi dengan larutan *buffer* pH 4,5 dan pH 6. Elektroda kemudian dibersihkan dengan aquadest dan dikeringkan dengan *tissue*. Untuk mengukur pH, ambil 1 gram sediaan *lotion* dan encerkan dengan 10 ml air suling. Selanjutnya, gunakan pH meter untuk mengukur pH sediaan. pH *lotion* yang sesuai dengan kriteria tersebut harus berada dalam rentang pH kulit manusia, yaitu antara 4,5 hingga 8 (SNI-16-4399-1996).

3) Uji Homogenitas

Uji homogenitas dilakukan untuk memeriksa apakah bahan aktif tercampur secara merata dengan bahan dasar, sehingga efek pengobatannya maksimal. Uji keseragaman dilakukan dengan cara mengambil 1 gram basis *lotion* dari setiap formula, kemudian dioleskan

pada plat kaca, disentuh, dan digosok. Massa *lotion* harus memiliki komposisi yang seragam, sehingga tidak ada padatan yang dapat dirasakan di plat kaca. Hasil yang diperoleh akan dimasukkan ke formulir penguimpulan data dengan kode 1 = tidak homogen dan kode 2 = homogen (Tarigan dan Panggabean,2020:86).

4) Daya Sebar

Uji daya sebar dilakukan untuk mengukur kemampuan *lotion* dalam merata saat dioleskan pada kulit. Proses uji ini dilakukan dengan meletakkan 0,5 gram *lotion* di tengah alat berdiameter 15 cm, kemudian menempatkan kaca di atasnya dan diamkan selama 1 menit. Setelah itu, ukur diameter olesan *lotion* di plat kaca, kemudian tambahkan beban sebanyak 50 gram dalam 1 menit. Terakhir, tambahkan beban sebesar 100 gram dan ukur diameter olesan sebanyak tiga kali ulangan. *Lotion* dianggap memenuhi kriteria jika daya sebar berada dalam rentang 5 hingga 7 cm (Nugraha, Sari, Wasiaturrahmah, 2022:600).

5) Uji Stabilitas Fisik

Pengujian stabilitas fisik dilakukan dengan menyimpan sediaan *lotion* pada suhu kamar (25-35°C). Pengamatan dilakukan terhadap sifat organoleptik (warna, aroma, dan tekstur), homogenitas, pH, dan daya sebar pada hari ke-1, 7, 14, 21, dan 28 selama 30 hari, dengan pemeriksaan dilakukan setiap minggu. Stabilitas dianggap baik jika tidak terjadi perubahan dalam uji organoleptik, homogenitas, pH, dan daya sebar selama periode penyimpanan (Hidayati dkk, 2021:315).

E. Pengolahan dan Analisis Data

1. Pengolahan Data

Pengumpulan data untuk penelitian ini dilakukan secara manual dengan menggunakan beberapa metode berikut:

a. *Editing*

Data yang didapatkan dari observasi dan pengujian diuji ulang untuk kelengkapan, termasuk lembar uji organoleptik, homogenitas, pH, daya sebar, dan stabilitas. Setelah itu, data dianalisa lebih lanjut.

b. *Coding*

Data yang telah dilakukan *editing* diubah menjadi bentuk data numerik atau angka yang mendukung analisis, seperti pengkodean warna organoleptik (contohnya: 1=putih, 2=hijau kecoklatan, 3=hijau tua).

c. *Entry*

Untuk analisis, data yang dijelaskan di atas dimuat ke dalam perangkat lunak komputer. Data dimasukkan ke dalam tabel pada perangkat lunak pengolahan data dan disesuaikan dengan kode yang ditetapkan untuk setiap jenis evaluasi, seperti pengujian organoleptik dan homogenitas, agar dapat dianalisis dan menghasilkan persentase.

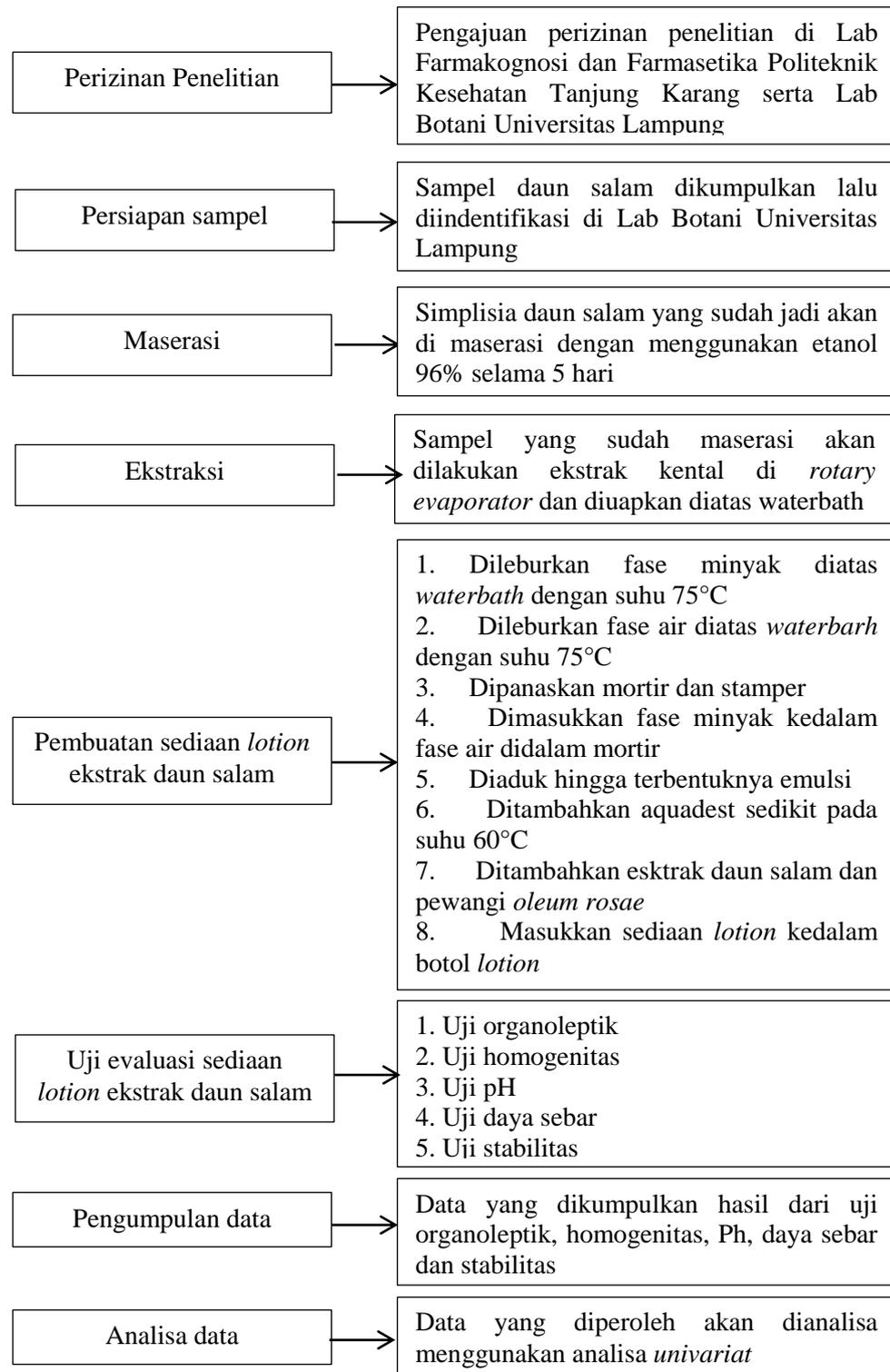
d. *Tabulasi*

Hasil analisis data ditampilkan dalam bentuk tabel dan grafik. Data yang sudah diolah dalam program komputer disusun menjadi tabel untuk mempermudah analisis, dan juga disajikan secara grafis untuk memudahkan pemahaman.

2. Analisa Data

Dalam penelitian ini analisis univariat dilakukan untuk mengevaluasi hasil setiap variabel penelitian. Analisis ini menunjukkan rata-rata, distribusi frekuensi, dan persentase masing-masing variabel. Informasi juga disajikan dalam tabel dan grafik untuk mempermudah pemahaman dan penjelasan detail. Analisis univariat ini menggunakan perangkat lunak *Microsoft Excel*.

G. Alur Penelitian



Gambar 3. 1 Alur Penelitian.