

BAB III METODE PENELITIAN

A. Desain Penelitian

Pada penelitian ini jenis penelitian yang digunakan ialah eksperimental murni, berupa optimasi kombinasi dari emulgator span 80 dan tween 60 pada krim ekstrak daun kersen (*Muntingia calabura* L.) menggunakan metode *Simplex Lattice Design*.

B. Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Teknologi Farmasi Fakultas Kesehatan Universitas Jenderal Achmad Yani Yogyakarta. Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Agustus tahun 2022 – Maret tahun 2023.

C. Variabel Penelitian

1. Variabel Bebas
Variabel bebas pada penelitian ini yaitu komposisi surfaktan span 80 dan tween 60.
2. Variabel Terikat
Variabel terikat pada penelitian ini yaitu organoleptis, homogenitas, pH, viskositas, daya lekat, daya sebar, dan pemisahan.
3. Variabel Terkendali
Variabel terkontrol pada penelitian ini yaitu kecepatan *mixer*; suhu pemanasan, dan lamanya waktu pencampuran krim.

D. Definisi Operasional Variabel

1. Krim adalah sediaan semi padat yang berfungsi sebagai tabir surya dan antioksidan yang mencegah kulit dari paparan sinar ultraviolet serta radikal bebas.
2. Emulgator adalah suatu zat yang dibutuhkan dalam pembuatan sediaan krim agar mendapatkan suatu sistem emulsi stabil dan baik.

3. Ekstrak daun kersen adalah ekstraksi hasil maserasi daun kersen yang menggunakan pelarut etanol 70% yang diuapkan.

E. Alat dan Bahan

1. Alat

Homogenizer (IKA), pH meter (Hanna HI 98190), timbangan analitik (Ohaus PA 2202), *hot plate stirrer* (IKA C-MAG HS 7), Viskometer Brookfield (DV1 Viscometer), alat uji daya lekat (Lokal), alat uji daya sebar (Lokal), waterbath (Mettler WNB 10 FC), Centrifuge (Hettich), sonikator (Cole-Parmer), Spectrophotometer UV-Vis (GENESYS 10S UV-Vis), dan alat-alat gelas (Iwaki).

2. Bahan

Daun kersen (*Muntingia calabura* L.), etanol 70% (teknis), span 80 (teknis), tween 60 (teknis), asam stearate (teknis), vaselin album (teknis), metil paraben (teknis), gliserin (teknis), akuades, propil paraben (teknis), FeCl₃ (p.a), dan HCl pekat (p.a).

F. Pelaksanaan Penelitian

1. Pembuatan Simplisia Daun Kersen

Daun segar dikumpulkan kemudian dihilangkan kotorannya (sortasi basah) dan dicuci menggunakan air bersih. Lalu daun dikeringkan untuk mengurangi kelembapan dan kadar air. Sortasi kering dilakukan sehingga memisahkan sisa benda asing, dan kotoran lainnya. Setelah kering, simplisia diblender hingga halus dan menjadi serbuk, lalu disimpan di tempat kering, bebas dari kelembapan dan sinar matahari langsung.

2. Ekstraksi Daun Kersen

1 kg serbuk daun kersen ditambahkan dengan 10 liter pelarut etanol 70%. Toples maserasi ditutup dengan aluminium foil, kemudian maserasi dilakukan selama 3 hari lalu diaduk selama 15 menit setiap 8 jam sekali. Setelah 3 hari, kemudian disaring hingga didapatkan maserat. Lalu maserat dilakukan

pengentalan menggunakan kompor listrik hingga didapatkan ekstrak kental daun kersen (Puspitasari & Wardhani, 2018). Rendemen yang didapatkan dihitung dengan presentase bobot (b/b) antara ekstrak yang dihasilkan dengan bobot serbuk dari simplisia yang digunakan (Nahor *et al.*, 2020).

$$\text{Rendemen Ekstrak (\%)} = \frac{\text{jumlah ekstrak yang dihasilkan}}{\text{jumlah simplisia yang digunakan}} \times 100\% \dots (2)$$

3. Karakterisasi Ekstrak Daun Kersen

a. Penetapan *Moisture Content*

Sebanyak 1 g ekstrak diambil dan ditimbang dalam *moisture analyzer*. Lalu pemanasan dengan suhu 105°C dimulai dengan menyalanya lampu pada alat. Setelah proses pemanasan selesai, kadar air yang tertera dicatat (Herayati *et al.*, 2022).

b. Uji Organoleptis

Ekstrak yang telah didapatkan kemudian diuji secara organoleptis dengan pengamatan panca indera agar dapat mendiskripsikan bau, warna, dan bentuk dari ekstrak tersebut (Azizah *et al.*, 2020).

c. Skrining Fitokimia

Skrining fitokimia dilaksanakan untuk mengidentifikasi golongan senyawa pada serbuk simplisia daun kersen. Kelompok senyawa yang akan diteliti yaitu flavonoid dan fenolik.

1) Uji Flavonoid

40 mg ekstrak ditimbang ditambahkan 100 ml air panas, lalu dididihkan dalam air panas selama 5 menit, dan saring. Sebanyak 5 ml filtrat ditambahkan 0,05 mg serbuk magnesium dan 1 ml HCL pekat, kemudian dikocok kuat. Terbentuknya warna kuning, merah atau jingga menunjukkan uji positif flavonoid (Wijaya *et al.*, 2014).

2) Uji Fenolik

1 ml larutan ekstrak direaksikan menggunakan larutan besi (III) klorida 10%. Ekstrak positif terdapat polifenol jika warna berubah

menjadi biru tua, biru kehitaman, dan hitam kehijauan (Adhayanti *et al.*, 2018).

4. Optimasi Formula Krim Ekstrak Etanol Daun Kersen

Tabel 2. Formula Krim Ekstrak Etanol Daun Kersen (Ratnasari & Puspitasari, 2018).

Nama Bahan	Fungsi	Konsentrasi (% b/v)							
		Run 1	Run 2	Run 3	Run 4	Run 5	Run 6	Run 7	Run 8
Ekstrak daun kersen (<i>Muntingia calabura</i> L.)	Bahan aktif	3	3	3	3	3	3	3	3
Vaselin album	Emolien	25	25	25	25	25	25	25	25
Asam stearat	Pengental	8	8	8	8	8	8	8	8
Gliserin	Humektan, emolien	10	10	10	10	10	10	10	10
Span 80	Emulgator	1,25	0	3,75	5,0	0	2,5	2,5	5,0
Tween 60	Emulgator	3,75	5,0	1,25	0	5,0	2,5	2,5	0
Metil paraben	Pengawet	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Propil paraben	Pengawet	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
Akuades	Pelarut	Ad 100	Ad 100	Ad 100	Ad 100	Ad 100	Ad 100	Ad 100	Ad 100

Pembuatan krim dapat dilakukan dengan tahap sebagai berikut :

1. Fase minyak (propil paraben, span 80, asam stearat, dan vaselin album) dipanaskan hingga mencapai suhu 70°C.
2. Fase air (akuades, tween 60, metil paraben, dan gliserin) dipanaskan hingga mencapai suhu 70°C.
3. Fase air ditambahkan secara bertahap pada suhu 70°C ke dalam fase minyak dan dihomogenkan menggunakan homogenizer pada kecepatan 10.000 rpm selama 15 menit.

4. Ekstrak daun kersen yang telah disaring dimasukkan ke dalam homogenizer, dan dihomogenkan pada kecepatan 10.000 rpm selama 10 menit (Ratnasari & Puspitasari, 2018).

Optimasi formula (Tabel 2) sediaan krim ekstrak daun kersen dilakukan menggunakan *software Design Expert 7.1.5* pada program *mixture design* dengan variasi komponen emulgator span 80 dan tween 60 (Elcistia & Zulkarnain, 2019). Konsentrasi daun kersen yang dipilih adalah 3% (Fitrianingsih *et al.*, 2022).

5. Evaluasi Sifat Fisik Krim Ekstrak Daun Kersen

a. Uji Organoleptis

Pengujian organoleptik dilakukan terhadap tekstur, bau, dan warna krim. Kriteria organoleptik yang sesuai untuk formula krim yaitu lembut, bau dan warna krim sesuai dengan ekstrak yang telah digunakan (Anindhita & Arsanto, 2020).

b. Uji Homogenitas

Krim dioleskan pada objek glass. Krim dapat dinyatakan homogen bila olesan krim di objek glass tidak terdapat partikel yang tidak tercampur atau menggumpal (Anindhita & Arsanto, 2020).

c. Uji pH

pH meter dikalibrasi memakai larutan buffer standar pH 7 (basa) dan 4 (asam). Kemudian 1 gr krim dilarutkan dengan 10 ml aquadest, setelah itu elektroda pH dicelupkan ke dalam krim yang sudah dilarutkan hingga ujung elektroda tercelup semua, lalu pH yang didapatkan dicatat (Purwaningsih *et al.*, 2020).

d. Uji Viskositas

75 g krim diukur viskositas dengan Viskometer Brookfield menggunakan spindle nomor 6 pada kecepatan 50 rpm, selama 1 menit (Wulandari *et al.*, 2022). Viskositas sediaan krim yang ideal berkisar antara 2000 cps hingga 50.000 cps (Rikadyanti *et al.*, 2020).

e. Uji Daya Lekat

0,5 g krim diletakkan di gelas objek lalu dilapisi lagi gelas objek di atasnya. Gelas objek ditekan selama 5 menit menggunakan beban 1 kg. Gelas objek diletakkan pada alat yang memiliki beban 80 g lalu dicatat waktunya sampai kedua gelas objek lepas. Waktu yang ideal untuk daya lekat dari sediaan adalah >4 detik (Anindhita & Arsanto, 2020).

f. Uji Daya Sebar

0,5 g sediaan yang ditempatkan di tengah cawan. Lalu diletakkan cawan lagi di atas sediaan (cawan yang telah ditimbang). Kemudian diameter sebar krim diukur. Beban 50 g ditambahkan sehingga mencapai beban 250 g. Ciri-ciri diameter yang ideal untuk daya sebar pada sediaan krim yaitu berkisar antara 5 hingga 7 cm (Anindhita & Arsanto, 2020).

6. Uji Stabilitas Fisik Krim Ekstrak Daun Kersen

Uji pemisahan ini dilaksanakan dengan cara sediaan disentrifugasi selama 5 jam pada kecepatan 3750 rpm, lalu diamati pemisahan dari sediaan (Lachman, *et al.*, 1994; Aryani, 2015). Perhitungan rasio pemisahan (F) uji stabilitas fisik, dengan rumus sebagai berikut :

$$F = \frac{V_u}{V_o} \dots\dots\dots (3)$$

Keterangan :

F : Rasio pemisahan

V_u : Tinggi emulsi yang masih stabil (cm)

V_o : Tinggi seluruh emulsi (cm) (Ermawati *et al.*, 2017).

7. Uji SPF

Sebanyak 500 mg krim ditimbang dan dimasukkan labu takar yang berukuran 100 ml. Lalu krim dilarutkan menggunakan etanol 70% (teknis), dengan bantuan sonikator selama 5 menit. Setelah itu dilakukan pengukuran nilai dari absorbansinya dengan spektrofotometer. Absorbansi sampel yang berbentuk larutan diukur pada rentang pada 290 hingga 320 nm, dengan

interval 5 nm (Yulianti *et al.*, 2015). Nilai SPF krim dianalisis menggunakan metode Mansur:

$$\text{SPF Spectrophotometric} = CF \times \sum_{290}^{320} EE(\lambda) \times I(\lambda) \times Abs(\lambda) \dots (4)$$

Keterangan :

EE : Erythematous Effect Spectrum

I : Solar Intensity Spectrum

Abs : Absorbance Of Sunscreen Product

CF : Correction Factor (=10)

G. Analisis Data

Optimasi formula krim ekstrak daun kersen dianalisis dengan *software Design Expert 7.1.5* pada program *mixture design*. Formula optimum dipilih dari nilai desirability tertinggi. Formula optimum yang diperoleh kemudian dianalisis untuk melihat perbandingan antara nilai prediksi respon sifat fisik *software Design Expert* dengan nilai percobaan menggunakan metode uji statistik *one sample T test*.