

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Metode dan Desain Penelitian

Penelitian ini merupakan studi kuantitatif karena data akan dianalisis secara statistik. Desain penelitian yang digunakan adalah eksperimental. Peneliti memiliki otoritas penuh dalam memberikan perlakuan terhadap formula sediaan.

3.2 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada tanggal 1 Desember 2023 – 31 Mei 2024 di Laboratorium Teknologi Farmasi Universitas Pertahanan Republik Indonesia.

Tabel 3. 1 Jadwal Penelitian

No.	Tatalaksana	Bulan							
		Sep-Nov	Des	Jan	Feb	Mar	Apr	Mei	Jun
1.	Pembuatan draft proposal penelitian								
2.	Proses pembimbingan								
3.	Seminar proposal penelitian								
4.	Penelitian dan Pengumpulan data								
5.	Analisis data								
6.	Penyusunan laporan penelitian/skripsi								

7.	Ujian skripsi								
8.	Penyerahan skripsi kepada program studi								

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1. Alat

Spektrofotometer UV-vis Shidmazu UV-1280, pH meter Ohaus, Homogenizer SciLabTis SHG-15A, timbangan analitik Ohaus, *hotplate* IKA C-MAG HS 7, *magnetic stirer*, labu takar, gelas beaker, gelas ukur, gelas arloji, kaca preparat, ayakan mesh 16, pipet tetes, spatel, mortir dan stempler.

3.3.2. Bahan

Minyak atsiri rimpang kencur, vaseline album, amilum manihot, gliserin, setil alkohol, metil paraben, propil paraben, asam stearat, asam sitrat, TEA, *Charcoal*, etanol, zink oksida, akuades, dan wadah kemasan.

3.4 Variable Penelitian

Variabel pada penelitian ini terdiri atas variabel bebas dan variabel terikat. Variabel bebas pada penelitian ini adalah variasi konsentrasi ekstrak rimpang kencur sementara variabel terikatnya adalah stabilitas fisik sediaan hasil uji fisik dan aktivitas anti UV sediaan pasta penyamaran wajah.

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1. Ekstraksi Minyak Atsiri Rimpang Kencur

3.5.1.1. *Supercritical Fluid Extraction* Minyak Atsiri Rimpang Kencur

Sebelum proses ekstraksi, bahan tanaman rimpang kencur dikeringkan dan digiling menjadi bubuk halus untuk meningkatkan luas permukaan bahan. Fluida superkritis seperti karbon dioksida dipompa ke dalam bejana bertekanan tinggi dan dipanaskan hingga suhu di atas titik kritisnya (31,1°C dan 73,8 bar untuk

karbon dioksida). Cairan superkritis kemudian dialirkan melalui bahan tanaman, memungkinkannya mengekstraksi minyak esensial dan senyawa lainnya. Tingginya tekanan dan suhu fluida superkritis memudahkan pelarutan senyawa-senyawa yang kemudian terbawa oleh fluida tersebut. Setelah proses ekstraksi, fluida superkritis mengalami penurunan tekanan, menyebabkan senyawa yang diekstraksi mengendap keluar dari fluida. Campuran yang dihasilkan dari senyawa yang diekstraksi dan cairan superkritis kemudian dipisahkan, dan minyak esensial dikumpulkan. Minyak atsiri yang diekstraksi mungkin memerlukan langkah-langkah pemurnian tambahan, seperti distilasi atau kromatografi, untuk menghilangkan kotoran dan meningkatkan kualitasnya.

3.5.2. Pembuatan Sediaan Pasta Penyamaran Wajah

3.5.2.1. Formulasi Sediaan

● **Tabel 3. 2** Formulasi Sediaan dibuat dalam 100 gram dalam bentuk persen

Bahan	Fungsi	Formula 1	Formula 2	Formula 3
Minyak Atsiri Rimpang Kencur	Zat Aktif anti UV	5 %	10 %	15 %
Vaselin Album	Basis	45 %		
Amilum Manihot	Absorben	10 %		
Setil Alkohol	Pengental	4 %		
Gliserin	Humektan	15 %		
Metil Paraben	Pengawet	0,18 %		
Propil Paraben	Pengawet	0,02 %		
TEA	Emulgator	1,7 %		
Asam Stearat	Emulgator	3,3 %		
Asam Sitrat	Buffer pH	1 %		
<i>Charcoal</i>	Pewarna	2 %		
Akuades	Pelarut	Ad 100%		

Tabel 3. 3 Formulasi sediaan dibuat dalam 100 gram dalam bentuk gram

Bahan	Fungsi	Formula 1	Formula 2	Formula 3
Minyak Atsiri Rimpang Kencur	Zat Aktif anti UV	5 gr	10 gr	15 gr
Vaselin Album	Basis	45 gr		
Amilum Manihot	Absorben	10 gr		
Setil Alkohol	Pengental	4 gr		
Gliserin	Humektan	15 gr		
Metil Paraben	Pengawet	0,18 gr		
Propil Paraben	Pengawet	0,02 gr		
TEA	Emulgator	1,7 gr		
Asam Stearat	Emulgator	3,3 gr		
Asam Sitrat	Buffer pH	1 gr		
<i>Charcoal</i>	Pewarna	2 gr		
Akuades	Pelarut	12,8 gr	7,8 gr	2,8 gr

3.5.2.2. Langkah Kerja

1. Fase Minyak:

Siapkan alat dan bahan yang kemudian bahan ditimbang dan dihaluskan sesuai keperluan. Masukkan setil alkohol, asam stearat, propil paraben, amilum, dan *white petrolatum* ke dalam gelas beker serta diaduk hingga homogen menggunakan *homogenizer*. Pencampuran dilakukan pada suhu pemanasan 70°C.

2. Fase Air:

Siapkan alat dan bahan yang kemudian bahan ditimbang dan dihaluskan sesuai keperluan. Campur metil paraben, asam sitrat, gliserin, TEA, dan akuades dalam beaker glass serta diaduk hingga homogen menggunakan *homogenizer*. Pencampuran dilakukan pada suhu pemanasan 70°C.

3. Campurkan fase air dan fase minyak ke dalam gelas beker pada suhu yang sama. Aduk dengan *homogenizer* sampai homogen.
4. Tambahkan pewarna charcoal dan aduk sampai homogen. Kemudian didinginkan dan tambahkan minyak atsiri *Kaempferia galanga* L. lalu aduk kembali sampai homogen menggunakan *homogenizer*.
5. Masukkan sediaan ke dalam wadah kemasan

3.5.3. Evaluasi Sediaan

3.5.3.1. Uji Organoleptis

Uji dilakukan dengan meletakkan sampel pada tempat yang transparan lalu diamati warna, aroma, bentuk serta teksturnya. Uji dilakukan pada sediaan yang baru diolah, kemudian sediaan disimpan pada suhu ruang selama 28 hari yang selama masa penyimpanan dilakukan pengujian tiap minggunya (Wulandari, 2011).

3.5.3.2. Uji Homogenitas

Uji dilakukan dengan 2 buah kaca preparat yang dioleskan sedikit sampel, lalu dihipitkan dan diamati ada tidaknya butiran/ atau gumpalan kasar. Uji dilakukan pada sediaan yang baru diolah, kemudian sediaan disimpan pada suhu ruang selama 28 hari yang selama masa penyimpanan dilakukan pengujian tiap minggunya (Wulandari, 2011).

3.5.3.3. Uji pH

Penetapan pH dilakukan menggunakan alat uji pH meter. Sebelum pengujian, elektroda dikalibrasi dengan mencelupkannya pada larutan dapar pH netral (7,0) dan dapar pH asam (4,0) hingga menunjukkan kondisi stable, kemudian bilas dengan aquades dan keringkan. Setelah elektroda dikalibrasi, selanjutnya mencelupkan elektroda kedalam sediaan pasta pengenceran 1:100 untuk mengetahui pH sediaan agar

sesuai dengan target. Uji dilakukan pada sediaan yang baru diolah, kemudian sediaan disimpan pada suhu ruang selama 28 hari yang selama masa penyimpanan dilakukan pengujian tiap minggunya (Wulandari, 2011).

3.5.3.4. Uji Daya Sebar

Timbang dan letakkan 0,50 gram sampel di tengah kaca lalu tutup menggunakan kaca lain yang sudah diketahui bertanya dan biarkan selama satu menit. Ukur diameter sebaran sampel kemudian letakkan beban di atas kaca yang dilaksanakan setiap 1 menit dengan penambahan sebanyak 50-250 gram. Pengukuran diameter dilaksanakan pada empat sisi yang meliputi vertikal, horizontal, serta miring ke kiri dan ke kanan. Uji dilakukan pada sediaan yang baru diolah, kemudian sediaan disimpan pada suhu ruang selama 28 hari yang selama masa penyimpanan dilakukan pengujian tiap minggunya (Wulandari, 2011).

3.5.3.5. Uji Daya Lekat

Timbang dan ambil 0,50 gram sampel lalu ratakan pada salah satu kaca preparat pertama kemudian diberi penutup menggunakan kaca preparat kedua. Setelah itu, diberikan beban selama 5 menit dengan berat beban 1 kg. Kaca preparat yang telah disatukan dipasang di alat uji daya lekat dengan memberikan beban seberat 80 gram. Waktu dihitung sejak pemberian beban hingga kaca preparat terlepas. Uji dilakukan pada sediaan yang baru diolah, kemudian sediaan disimpan pada suhu ruang selama 28 hari yang selama masa penyimpanan dilakukan pengujian tiap minggunya (Wulandari, 2011).

3.5.4. Penentuan Nilai SPF

3.5.4.1. Persiapan Sampel

Sampel ditimbang 100 mg dan dilarutkan menggunakan etanol 90% 100 ml, lalu aduk sampai homogen menggunakan

homogenizer. Kemudian, larutan diencerkan sampai konsentrasi akhir menjadi 100 µg/ml

3.5.4.2. Perhitungan Nilai SPF

Untuk mengukur spektrum serapan larutan uji menggunakan spektrofotometer UV-vis dengan panjang gelombang berkisar antara 290 hingga 360 nm dan menggunakan etanol 90% sebagai blanko. Sampel diukur serapannya menggunakan spektrofotometer UV-vis setiap interval 5 nm pada panjang gelombang 290 nm hingga 320 nm. Lakukan pengujian secara triplo pada pengukuran setiap titiknya, diikuti dengan penerapan persamaan Mansur. (Pramiastuti, 2019)

Analisa Data Nilai SPF diitung dengan metode Mansur:

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

Keterangan:

$EE(\lambda)$: Spektrum Efek Eritema (nm)

$I(\lambda)$: Spektrum Intensitas Cahaya (nm)

Abs : Absorbansi sampel tabir surya

CF : Faktor Koreksi (=10)

Nilai dari $EE \times I$ adalah konstan (Lampiran 4.).

3.6 Metode Analisis

Data yang didapatkan dari penelitian dianalisis secara statistik dengan aplikasi *Statistical Package for Social Sciences 27* (SPSS 27) dengan beberapa uji serta metode sebagai berikut:

a. Uji Normalitas

Data hasil uji pada setiap formula sampel diharapkan memiliki distribusi yang normal dan homogen untuk menjamin validitas dan ketidakkbiasan. Uji normalitas, seperti uji Shapiro-Wilk, dilakukan untuk menilai ini, dengan kriteria bahwa data dianggap normal dan homogen ketika nilai signifikansi (p) lebih dari 0,05. Sebaliknya, ketika nilai p kurang dari 0,05,

maka data dianggap tidak normal dan tidak homogen. Apabila data terbukti terdistribusi normal, maka analisis dapat lanjut menggunakan uji ANOVA one-way. Namun, apabila data tidak terdistribusi normal, maka analisis uji dilanjutkan menggunakan uji Kruskal-Wallis.

b. Uji Homogenitas

Pemeriksaan homogenitas varian dapat dilakukan dengan uji Levene. Uji ini bertujuan untuk menemukan perbedaan antara setiap data dengan rata-rata kelompoknya. Uji Levene lebih efektif digunakan jika jumlah data di setiap kelompok adalah sama.

c. ANOVA One-way

Uji ANOVA One-way pada penelitian ini dilakukan karena parameter yang digunakan lebih dari 2 pada setiap pengujiaannya. Nilai data yang memenuhi syarat ialah data yang memiliki nilai signifikansi $< 0,05$ yang artinya menunjukkan adanya perbedaan signifikan antar formula sampel uji. Jika data tersebut memiliki nilai signifikansi yang tidak memenuhi syarat, maka menandakan tidak adanya perbedaan signifikan antar formula sampel uji.

d. Kruskal-wallis

Uji alternatif Kruskal-Wallis adalah uji non parametrik, hanya digunakan jika data numerik yang diuji tidak normal ($p < 0,05$). Uji Kruskal-Wallis dilakukan tanpa mempertimbangkan kemencengan atau kemiringan distribusi data (normalitas data). Ketika nilai signifikansi $< 0,05$, artinya terdapat perbedaan signifikan antar formula sampel uji. Namun, Ketika nilai signifikansi $> 0,05$, artinya tidak ada perbedaan signifikan antar formula sampel uji.

e. Tukey HSD

Jika hasil uji ANOVA *one-way* menandakan nilai signifikansi, maka data antar kelompok diuji lebih lanjut menggunakan uji Tukey HSD (*High Significant Difference*). Tukey HSD digunakan untuk membandingkan signifikansi antara formula sampel uji.

f. Uji Dunn's *Multiple Comparisons*

Jika hasil uji Kruskal-Wallis menandakan nilai signifikansi, maka data antar kelompok diuji lebih lanjut menggunakan uji Uji Dunn's *Multiple Comparisons*. Uji Dunn's *Multiple Comparisons* digunakan untuk membandingkan signifikansi antara formula sampel uji.

