# BAB IIIMETODE PENELITIAN

## 3.1 Rancangan Penelitian

Metode penelitian ini adalah metode *True Eksperimental* dan dengan rancangan penelitian yang digunakan adalah *Post Test Only Control Grup Design* dimana hasil penelitian diamati setelah perlakuan selesai. Penelitian ini menggunakan sampel pati bengkuang dan pati air beras. Penelitian ini meliputi, pemeriksaan karakteristik keseragaman dan mutu fisik sediaan, uji keamanan dan kesukaaan serta uji efektivitas.

### 3.1.1 Variabel Penelitian

Variabel penelitian terdiri dari variabel bebas dan variabel terikat. Variabel bebas yaitu variasi konsentrasi pati bengkuang dan pati air beras. Variabel terikat yaitu karakteristik sampel, karakteristik formulasi nanokrim pemutih dan uji efektivitas nanokrim.

### 3.1.2 Parameter Penelitian

Parameter pada penelitian ini sebagai berikut:

Parameter karakteristik serbuk pati bengkuang dan pati air beras: makroskopik, mikroskopik, identifikasi amylum, kadar air dan uji kelarutan.

Parameter karakteristik formulasi nanokrim pemutih: organoleptis, pH, homogenitas, tipe emulsi, ukuran partikel, sentrifugasi, daya sebar, daya lekat, viskositas, iritasi dan hedonik.

Parameter efektifitas pemutih wajah: kadar air, sebum dan pigmen.

**3.2 Jadwal dan Lokasi Penelitian**

**3.2.1 Jadwal Penelitian**

Penelitian dilakukan pada bulan januari sampai dengan Juni 2024.

### 3.2.2 Lokasi Penilitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Terpadu Fakultas Farmasi Universitas Muslim Nusantara Al-Washliyah Medan.

## 3.2 Alat dan Bahan

### 3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian yaitu: neraca analitik (Shimadzu), *skin analyzer* (Digital Test System EH-900U), blender (philips), *dan particle size analyzer* (FRITSCH Analysette 2.2 Nanotech), *hotplate stirrer* (thermo), sentrifugasi (Fischer), viscometer (B – One plus), *mixer* (Miyako) dan pH meter dan alat gelas lainnya.

### 3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian yaitu pati bengkuang, pati air beras, setil alcohol (merck), tween 80 (merck), propilen glikol (merck), propil paraben (merck), metil paraben (merck), aquadest (onemed), iodium (merck), etanol 96% (merck).

## 3.3 Pengumpulan Dan Pengolahan Bahan Tumbuhan

### 3.3.1 Pengumpulan Tumbuhan

Pengambilan tumbuhan dilakukan secara *purposive* yaitu tanpa membandingkan tempat dan letak geografisnya. Sampel yang digunakan adalah air pati beras dan umbi bengkuang yang di dapat dari daerah Kecamatan Kabanjahe, Kabupaten Karo, Sumatra Utara.

### 3.3.2 Identifikasi Tumbuhan

Identifikasi tumbuhan dilakukan di Laboratorium Herbarium Medanese (MEDA) Universitas Sumatera Utara.

## 3.4 Pembuatan Sampel

### 3.4.1 Pembuatan Pati Bengkuang

Umbi bengkuang dibersihkan, dikupas lalu dicuci kemudian dilakukan pemotongan agar mudah penghalusan dengan blender, diperas menggunakan kain saring agar pati terpisah dengan ampasnya. Hasil perasan bengkuang di tampung, kemudian didiamkan beberapa jam sampai terbentuk endapan. Endapan pati dibilas sebanyak 3 kali agar didapatkan pati yang bersih. Setelah itu di biarkan mengendap. Setelah endapan di peroleh lalu pindahkan ke dalam wadah dan dikeringkan dengan lemari pengering, kemudian diblender sampai halus dan di ayak sehingga dihasilkan pati umbi bengkuang dalam bentuk serbuk halus (Yuniarsih *et al*., 2021).

### 3.4.2 Pembuatan Pati Air Beras

Air cucian beras dikumpulkan dan didiamkan hingga terbentuk endapan pati beras. Endapan pati dibilas sebanyak 3 kali agar didapatkan pati yang bersih. Setelah itu di biarkan mengendap. Setelah endapan di peroleh lalu pindahkan ke dalam wadah dan dikeringkan dengan cara diangin-anginkan lalu dimasukkan ke lemari pengering hingga mencapai kekeringan yang diinginkan.

## 3.5 Karakterisasi Pati

### 3.5.1 Identifikasi Amylum Secara Kimiawi

Didihkan 1 gr amylum dengan 50 ml air, amati. Uji dengan kertas lakmus, amati. Tambahkan larutan iodium P, amati. Larutan dipanaskan lagi, amati. Kemudian dinginkan lagi, amati (Depkes RI, 1979).

### 3.5.2 Kadar Air

Analisis kadar air dilakukan dengan menggunakan metode gravimetric. Prinsipnya yaitu cawan porselen dikeringkan dalam oven pada suhu 100oC selama 30 menit, lalu didinginkan di dalam desikator dan ditimbang (W1). Sampel 2 g dimasukkan ke dalam cawan porselen yang sudah diketahui beratnya dan dikeringkan (W2) di dalam oven pada suhu 100oC selama 3-5 jam. Setelah itu sampel didinginkan dalam desikator selama 30 menit kemudian ditimbang (W3). Perlakuan ini diulang sampai tercapai berat konstan. Bila penimbangan kedua mencapai pengurangan bobot tidak lebih dari 0,002 g dari penimbangan pertama maka dianggap konstan (Rahayu Sakinah & Sunan Kurniawansyah, 2018).

Perhitungan kadar air dilakukan dengan menggunakan rumus:

Kadar Air (%) = $\frac{W2-W3}{W2-W1} x 100\%$

### 3.5.3 Uji Kelarutan

Uji kelarutan pati dilakukan dengan sampel pati (0,5 g) ditambahkan dengan 25 ml air suling. Sampel dipanaskan dalam waterbath dengan suhu 90°C selama 30 menit. Sampel didingikan, kemudian disentrifugasi pada 3000 rpm selama 30 menit (Rahayu Sakinah & Sunan Kurniawansyah, 2018).

kelarutan pati dapat dihitung dengan menggunakan rumus:

Kelarutan pati (%) =$ \frac{ berat Kering supernatan (gr)}{Berat sampel (gr)} x 100$

## 3.6 Formulasi Sediaan Nanokrim

Formula nanokrimyang dimodifikasi yaitu menggunakan zak aktif sebesar 10% berupa kombinasi dari pati bengkuang dan pati air beras berbagai variasi perbandingan konsentrasi yaitu: (7:3) ; (3:7) ; (5:5) dengan masing-masing bobot 100 gram. Komposisi bahan yang digunakan pada penelitian ini dapat dilihat pada Tabel 3.1

Tabel 3.1 Formulasi Nanokrim Pati Bengkuang Dan Pati Air Beras

|  |  |
| --- | --- |
| **Komposisi** | **Formula (g)** |
| **F0** | **F1** | **F2** | **F3** | **Fungsi** |
| Pati bengkuang | - | 7 | 3 | 5 | Zat aktif |
| Pati air beras | - | 3 | 7 | 5 | Zat aktif |
| Tween 80 | 36 | 36 | 36 | 36 | Emulgator |
| Propilen glikol | 6 | 6 | 6 | 6 | Pelarut |
| Setil alcohol | 0,6 | 0,6 | 0,6 | 0,6 | Emulsi |
| Metil paraben | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,1 | Pengawet |
| Propil Paraben | 0,05 | 0,05 | 0,05 | 0,05 | Pengawet |
| Oleum rosae | qs | qs | qs | qs | Parfum |
| Aquadest Ad | 100 | 100 | 100 | 100 | Pelarut |

### 3.6.1 Prosedur Pembuatan Sedian Nanokrim Pemutih

Sediaan nanokrim dibuat menggunakan metode emulsifikasi energi tinggi (*high-shear stiring*) menggunakan *mixer*. Fase minyak berupa setil alcohol dilebur, menggunakan hotplate dengan suhu 55°C. Fase air berupa metil paraben dan propil paraben dilarutkan dalam aquadest, kemudian dipanaskan di atas hotplate hingga larut sempurna, kemudian larutan didinginkan. Selanjutnya Tween 80 dan propilen glikol dicampurkan ke dalam larutan metilparaben dan propilparaben. Kemudian diaduk dengan pengaduk magnet dengan kecepatan 350 rpm selama 30 menit. Fase air dituangkan sedikit demi sedikit ke dalam fase minyak, kemudian ditambahkan pati bengkuang dan pati air beras diaduk dengan pengaduk magnet dengan kecepatan 1500 rpm selama hingga terbentuk emulsi mengental. Kemudian dihomogenkan dengan *mixer* selama 30 menit. Tambahkan beberapa tetes parfum beraroma mawar, lalu campurkan menggunakan *mixer* hingga membentuk massa krim yang homogeny (Meyliana, 2019).

## 3.7 Evaluasi Mutu Fisik Sediaan

### 3.7.1 Penentuan Ukuran Partikel Nanokrim

Penentuan ukuran partikel menggunakan alat particle size analyzer (FRITSCH Analysette 22 Nanotech). Prinsip alat tersebut menggunakan dynamic light scattering, yaitu pengukuran fluktuasi intensitas cahaya yang dihamburkan dalam waktu tertentu. Pengujian dimulai dengan mengencerkan sampel sampai 1000 kali menggunakan akuabides, kemudian sampel dimasukkan ke dalam kuvet kaca dan diletakkan ke dalam alat. Sampel akan ditembak dengan sinar pada sudut 90°, droplet pada sampel akan menghamburkan sinar dan hamburan sinar akan terbaca sebagai ukuran droplet pada pada komputer dengan menggunakan software alat particle size analyzer (FRITSCH Analysette 22 Nanotech) (Suzan, 2016).

### 3.7.2 Uji Organoleptis

Pengujian organoleptis merupakan cara pengujian dengan menggunakan indra manusia sebagai media untuk menilai mutu produk, bau, rasa serta tekstur (Lubis *et al*., 2022a).

### 3.7.3 Uji Homogenitas

Uji homogenitas ini dilakukan dengan cara mengoleskan krim yang telah dibuat pada kaca objek, kemudian dikatupkan dengan kaca objek yang lainnya kemudian dilihat apakah basis yang dioleskan pada kaca objek tersebut homogen dan apakah permukaannya halus dan merata (Tari & Indriani, 2023).

### 3.7.4 Uji Tipe Emulsi

Uji tipe emulsi dilakukan dengan cara sejumlah tertentu sediaan diletakkan diatas objek gelas kemudian ditambahkan 1 tetes metil biru ke dalam sediaan lalu diaduk dan diamati. Bila metil biru tersebar merata berarti sediaan tersebut tipe emulsi m/a, tetapi bila hanya bintik-bintik biru berarti sediaan tersebut tipe emulsi a/m (Syafitri & Rahma, 2023).

### 3.7.5 Uji pH Sediaan

Sebelum digunakan, pH meter dikalibrasi dengan menggunakan larutan buffer pH 7 dan 4. Elektroda yang digunakan dibilas dengan aquades sebelum dan setelah pengukuran. Sebanyak 1 gram krim diencerkan dengan air suling hingga 10 ml. Diambil larutan tersebut dan ditempatkan pada pH meter. Hasil pH akan muncul pada layar setelah beberapa saat. Campuran dihomogenkan dengan cara dibolak-balik selama 1 menit. Pembacaan pada alat pH meter dilakukan setelah 5 menit untuk memastikan angka sudah stabil dan tidak bergerak lagi (Lubis *et al*., 2022b).

### 3.7.6 Uji Daya Sebar

Uji daya sebar ini dilakukan dengan menimbang sampel sebanyak 0,5 gr diletakkan ditengah kaca bulat dan ditutup dengan kaca transparan yang lain. Kemudian setelah itu dilanjutkan dengan menambahkan beban 200 gr diatas kaca tersebut menggunakan anak timbangan, setelah itu kemudian diukur diameter penyebarannya. Daya sebar krim yang baik antara 5-7 cm (Tari & Indriani, 2023).

### 3.7.7 Uji Daya Lekat

Uji ini dilakukan dengan alat tes daya melekat krim, dua objek glass, stopwatch, anak timbangan gram yang dilakukan dengan cara melekatkan krim sebanyak 0,25 gr di atas objek glass dan dikatupkan dengan objek glass yang lain di atas krim tersebut kemudian ditekan dengan beban 0,5 kg selama 5 menit, setelah 5 menit beban di angkat dan dicatat waktunya hingga kedua objek tersebut terlepas. Nilai uji daya lekat yang baik untuk krim adalah 2-300 detik (Tari & Indriani, 2023).

### 3.7.8 Uji Viskositas

Uji viskositas ini dilakukan dengan menggunakan viscometer untuk mengetahu tingkat kekentalan dari sediaan. Prosedurnya yaitu dengan memasang spindle pada alat kemudian dicelupkan kedalam sediaan sampai batas tertentu dan atur kecepatan 50 rpm. Tiap masing-masing pengukuran dibaca skalanya dan dicatat. Persyaratan untuk nilai viskositas krim adalah 2000-50000 (Tari & Indriani, 2023).

### 3.7.9 Uji Sentrifugasi

Uji sentrifugasi dilakukan pada awal setelah pembuatan dilakukan dengan mengukur satu kali. Sediaan dimasukkan ke dalam tabung sentrifugasi kemudian disentrifugasi dengan kecepatan 5000 rpm selama 30 menit (Meyliana, 2019).

### 3.7.10. Uji Stabilitas

Uji stabilitas dilakukan dengan penyimpanan sampel krim pada suhu kamar (±29ºC) selama 8 minggu, kemudian dilakukan pengamatan organoleptis (amati warna, aroma dan tekstur) (Dewi *et al*., 2019).

## 3.8 Uji Keamanan dan Kesukaan

### 3.8.1 Uji Iritasi

Uji iritasi dilakukan terhadap sediaan yang dibuat dengan tujuan untuk mengetahui sediaan nanokrim yang dibuat dapat menyebabkan iritasi pada kulit atau tidak. Metode dilakukan kepada 10 sukarelawan yang menyetujui. Pengujian dilakukan dengan cara masing-masing formula nanokrim dioleskan pada bagian sensitive seperti di belakang telinga sukarelawan, kemudian didiamkan hingga kurang lebih 30 menit tanpa dibilas lalu ditinjau perubahan yang dialami. Jika iritasi ditandai dengan adanya kemerahan, gatal, dan panas pada kulit kemudian diamati gejala yang ditimbulkan, berupa erythema dan edema (Setiani & Endriyatno, 2023) Kriteria panelis uji iritasi (Ningtias *et al*., 2022):

Wanita

Usia antara 20-30 tahun

Berbadan sehat jasmani dan rohani

Tidak memiliki riwayat penyakit alergi

Menyatakan kesediaannya dijadikan panelis uji iritasi dengan mengisi surat pernyataan.

### 3.8.2 Uji Hedonik

Uji kesukan dilakukan untuk mengetahui tingkat kesukaan panelis terhadap sediaan yang dibuat. Jumlah panel uji kesukaan makin besar semakin baik. Sebaiknya jumlah itu paling sedikit 20 orang panelis dengan cara setiap panelis memberikan penilaian terhadap masing-masing sediaan yang diperoleh, berdasarkan warna,bentuk dan bau. Adapun kriteria panelis yang diikutkan pada uji kesukaan:

Bersedia menjadi sukarelawan

Memiliki kepekaan dan konsentrasi yang tinggi.

Panelis tidak terlatih diambil secara acak.

Berbadan sehat.

Tidak dalam keadaan tertekan.

Mempunyai pengetahuan dan pengalaman tentang penilaian organoleptik.

Setiap panelis diminta untuk mengoleskan setiap sediaan krim pemutih yang telah diformulasikan, pada kulit punggung tangannya, dan menilai warna, bentuk dan baunya. Kemudian mengisi lembar kuisoner yang telah disediakan dengan cara memilih (5) bila sangat suka (SS), (4) bila suka (S), (3) bila cukup suka (CS), (2) bila kurang suka (KS), dan (1) bila tidak suka (TS). Data yang diperoleh selanjutnya dihitung tingkat kesukaan (Rahmatunnisa *et al*., 2022).

## 3.9 Uji Efektivitas Pemutih

Pengujian efektivitas dilakukan terhadap sukarelawan sebanyak 15 orang dan dibagi menjadi kelompok 5, yaitu:

Kelompok I = 3 orang sukarelawan untuk nanokrim tanpa zat aktif

Kelompok II = 3 orang sukarelawan untuk sediaan nanokrim F1

Kelompok III = 3 orang sukarelawan untuk sediaan nanokrim F2

Kelompok IV = 3 orang sukarelawan untuk sediaan nanokrim F3

Kelompok V = 3 orang sukarelawan untuk sediaan kontrol positif

Diukur kondisi kulit tangan sukarelawan, setelah itu dilakukan pengolesan krim sesuai dengan pembagian konsentrasi krim. Pengolesan dilakukan 2 kali sehari secara merata pada kulit bagian punggung tangan sukarelawan. Kemudian dilakukan pengukuran kondisi kulit setiap minggunya selama 4 minggu dengan menggunakan *skin analyzer* termasuk kadar air (*moisture*), pigmen kulit dan kadar minyak (*sebum*). Diamati kondisi kulit tangan sukarelawan masing-masing konsentrasi sebelum dan sesudah pemberian krim (Hanum, 2018).

### 3.9.1 Analisis Data

Data hasil penelitian dianalisis dengan menggunakan program SPSS (*Statistical Product and Service Solution*). Langkah pertama, data diuji normalitas. Jika data normal, maka dilakukan uji *One Way* Anova meliputi, homogenitas dan uji Anova.