

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Rancangan Penelitian

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimental yang dilakukan secara laboratorium untuk tujuan untuk mengetahui potensi tabir surya pada ekstrak temu hitam (*Curcuma aeruginosa* Roxb). Pelaksanaan penelitian pada tanggal 01 April – 23 April 2021 dan dilakukan di Laboratorium Kimia Farmasi Fakultas Sains, Teknologi dan Kesehatan Universitas Sahid Surakarta.

3.2. Populasi dan Sampel

3.2.1. Populasi

Populasi merupakan wilayah generalisasi yang terdiri dari objek atau subjek yang memiliki kualitas serta karakteristik tertentu yang ditetapkan oleh peneliti untuk dipelajari dan ditarik kesimpulannya oleh peneliti (Sugiyono, 2018). Populasi pada penelitian ini adalah ekstrak etanol temu hitam (*Curcuma aeruginosa* Roxb.).

3.2.2. Sampel

Sampel adalah sebagian dari populasi yang memiliki karakteristik yang sama dengan populasi (Sugiyono, 2018). Sampel dalam penelitian ini adalah krim ekstrak etanol temu hitam dengan konsentrasi 2%, 4% dan 6%.

3.3. Instrumen Penelitian

3.3.1. Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah timbangan analitik (*ACiS*), alat-alat gelas (*Pyrex*), cawan porselen, *waterbath*, mortir dan stemper, pipet tetes, pipet mikro, sendok tanduk, sendok besi, batang pengaduk, termometer dan spektrofotometer *UV-Vis (Gynesis I)*.

3.3.2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah rimpang temu hitam, etanol 96% (*Medika*), etanol p.a (*Merck*), asam stearat (*Merck*), setil alkohol, metil paraben, propil paraben, *TEA (Merck)*, gliserin (*Brataco*) dan *aquadest*.

3.4. Variabel Penelitian

3.4.1. Variabel Bebas

Variabel yang menjadi penyebab atau memengaruhi, meliputi faktor-faktor yang diukur, dimanipulasi atau dipilih oleh peneliti, tujuannya agar dapat menentukan hubungan antara fenomena yang diobservasi atau diamati (Sugiyono, 2018). Variabel bebas dalam penelitian ini adalah konsentrasi ekstrak etanol temu hitam (*Curcuma aeruginosa Roxb.*).

3.4.2. Variabel Terikat

Variabel terikat ialah faktor-faktor yang diamati dan diukur dalam rangka menentukan pengaruh variabel bebas, di dalamnya itu termasuk faktor yang muncul, atau tidak muncul, atau berubah sesuai dengan yang

diperkenalkan oleh peneliti (Sugiyono, 2018). Variabel terikat dalam penelitian ini adalah sifat fisik krim (uji organoleptis, uji homogenitas, uji pH, uji daya sebar, uji daya lekat dan uji stabilitas), nilai SPF, presentase transmisi eritema dan pigmentasi.

3.4.3. Variabel Terkendali

Variabel terkendali adalah variabel/faktor lain yang ikut berpengaruh yang dibuat sama pada setiap media percobaan dan terkendali (Sugiyono, 2018). Variabel terkendali dalam penelitian ini adalah komposisi basis krim tabir surya.

3.5. Definisi Operasional

- a. Ekstrak etanol temu hitam adalah ekstrak yang diambil dari hasil maserasi menggunakan pelarut etanol 96%.
- b. Konsentrasi ekstrak etanol temu hitam adalah konsentrasi yang digunakan dalam pembuatan formulasi krim yaitu 2%, 4% dan 6%.
- c. Sifat fisik krim adalah uji yang dilakukan untuk mengetahui baik atau tidaknya sediaan krim tersebut yang meliputi uji organoleptis, uji homogenitas, uji pH, uji daya sebar, uji daya lekat dan uji stabilitas krim.
- d. Nilai SPF adalah membandingkan energi yang dipancarkan sinar yang dapat menyebabkan eritema dan juga dapat mengambil waktu yang dibutuhkan untuk mengembangkan eritema.

- e. Persentase transmisi eritema/pigmentasi adalah perbandingan jumlah energi sinar *UV* yang diteruskan oleh sediaan tabir surya pada spektrum eritema/pigmentasi dengan jumlah faktor keefektifan eritema pada tiap panjang gelombang dalam rentang 292,5 - 372,5 nm.
- f. Komposisi basis krim tabir surya adalah bahan dasar yang digunakan dalam pembuatan sediaan krim. Bahan dasar seperti asam stearat, TEA, steil alkohol, gliserin, nipagin, nipasol dan *aquadest*. Tipe krim yang digunakan yaitu O/W (*oil in water*).

3.6. Rencana Jalannya Penelitian

3.6.1. Pembuatan simplisia

Rimpang temu hitam dicuci bersih dan dipotong kecil-kecil, kemudian dikeringkan hingga menjadi simplisia kering. Setelah itu, tumbuhan kering dihancurkan menggunakan blender dan kemudian diayak menggunakan 50 *mesh* saringan untuk mendapatkan serbuk halus (Maulida, 2015).

3.6.2. Pembuatan ekstrak

Ekstraksi serbuk rimpang temu hitam dilakukan dengan metode maserasi dengan pelarut etanol 96 %. Sebanyak 500 gram serbuk rimpang temu hitam ditambah 5 L bagian etanol dengan perbandingan 1:10. Kemudian dicampur di dalam wadah kaca. Diaduk menggunakan pengaduk kayu dengan sesekali adukan selama 15 menit. Kemudian didiamkan selama 3 hari. Setelah itu disaring dengan kertas saring untuk mendapatkan filtrat.

Filtrat yang dihasilkan dikumpulkan menjadi satu. Kemudian dikentalkan menggunakan *rotary evaporator* (Yulianti, *et al.*, 2015).

3.6.3. Pembuatan krim

Fase minyak dibuat dengan cara meleburkan asam stearat, setil alkohol, dan propil paraben secara berturut-turut dalam cawan porselen di atas penangas air hingga suhu 70 °C sambil diaduk hingga homogen. Fase air dibuat dengan cara memanaskan air hingga 70 °C, ditambahkan metil paraben sambil diaduk hingga melarut sempurna. Setelah itu ditambahkan gliserin, dan TEA kemudian diaduk hingga homogen. Selanjutnya fase minyak dituang ke dalam fase air dalam mortir panas, digerus sampai suhu 25 °C dan terbentuk massa krim. Tambahkan ekstrak temu hitam dalam krim, digerus sampai homogen, lalu masukkan krim ke dalam pot plastik (Mailana, *et al.*, 2016).

Tabel 3.1 Formulasi Krim Tabir Surya

Bahan	F1	F2	F3	F4	Kegunaan
Ekstrak	0	2%	4%	6%	Zat aktif
Asam stearat	10	10	10	10	Emulgator
Gliserin	10	10	10	10	Humektan
TEA	2	2	2	2	Emulgator
Setil alcohol	1,2	1,2	1,2	1,2	Zat pengental
Metil paraben	0,2	0,2	0,2	0,2	Pengawet
Propil paraben	0,05	0,05	0,05	0,05	Pengawet
Aquadest	Ad 50	Ad 50	Ad 50	Ad 50	Zat tambahan

Keterangan: Formula I adalah basis krim (kontrol negatif); Formula II basis + 2% ekstrak; Formula III basis + 4% ekstrak; dan Formula IV basis + 6% ekstrak

3.6.4. Evaluasi krim

a. Uji organoleptis

Diamati warna, bau dan bentuk dari sediaan krim tabir surya.

b. Uji homogenitas

Diambil sejumlah krim tabir surya dan oleskan di antara dua *object glass*. Amati ada atau tidak adanya butiran kasar pada krim (Syamsul, *et al.*, 2015).

c. Uji pH

pH meter dicelupkan ke dalam krim tabir surya dan amati berapa pH yang ditunjukkan.

d. Uji daya sebar

Krim tabir surya ditimbang 0,5 gram dan ditempatkan pada kaca ditutupi dengan kertas grafik, kemudian dimasukkan petri di atasnya dan dibiarkan selama 1 menit, dihitung daerah diberikan. Kemudian diberi beban 50 - 250 gram, dibiarkan selama 1 menit, diamati luas yang diberikan (Safitri, *et al.*, 2014).

e. Uji daya lekat

Krim 0,5 gram dioleskan di atas slide, taruh gelas objek lain di atas krim, lalu tambahkan pemberat selama 1 menit. Benda kaca dipasang pada alat uji dan diberi beban 80 gram. Waktu dicatat sampai kedua benda itu terpisah.

f. Uji stabilitas krim

Uji stabilitas krim dilakukan dengan metode *cycling test*. Krim disimpan pada suhu ± 4 °C selama 24 jam dan kemudian suhu ± 36 °C selama 24 jam. Pengujian dilakukan selama 6 siklus, dimana tiap siklus diamati perubahan fisik krim meliputi organoleptis,

homogenitas, pH, daya lekat dan daya sebar (Lumentut *et al.*, 2020).

3.6.5. Penentuan potensi tabir surya

a. Penyiapan sampel krim tabir surya

Sediaan krim ditimbang sebanyak 20 mg dalam 5 mL etanol p.a. Penentuan nilai SPF dilakukan sebanyak tiga kali replikasi pada masing-masing formula.

b. Uji nilai *Sun Protection Factor* (SPF)

Penentuan nilai SPF dilakukan dengan cara mengukur serapan larutan dari tiap formula dengan menggunakan alat spektrofotometer *UV-Vis* pada panjang gelombang 290 - 320 nm setiap interval 5 nm. Penentuan nilai SPF dilakukan sebanyak tiga kali replikasi pada masing-masing formula. Kemudian data yang diperoleh diolah dengan persamaan Mansur :

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

Keterangan :

EE : Spektrum efek eritema (Nilai EE x I dapat dilihat pada Tabel 3.2.)

I : Spektrum intensitas matahari

Abs : Absorbansi produk tabir surya

CF : Faktor koreksi (=10)

Tabel 3.2 Nilai EE × I

Panjang Gelombang (λ nm)	EE × I
290	0,0150
295	0,0817
300	0,2874
305	0,3278
310	0,1864
315	0,0839
320	0,0180
Total	1

(Puspitasari, *et al.*, 2018)**Tabel 3.3 Penilaian SPF menurut Food and Drug Administration**

Tipe Proteksi	Nilai SPF
Proteksi minimal	1 - 4
Proteksi sedang	4 - 6
Proteksi ekstrak	6 - 8
Proteksi maksimal	8 - 15
Proteksi ultra	>15

(Ajwad, 2016)

c. Uji persen transmisi eritema dan pigmentasi

Dari larutan ekstrak dan krim yang telah disaring, diukur serapannya pada panjang gelombang 292,5 - 372,5 nm setiap interval 5 nm. Selanjutnya dihitung nilai persentase eritema dan persentase pigmentasi berdasarkan rumus % eritema dan pigmentasi, yaitu:

$$\text{a) \% transmisi eritema} = \frac{\sum T \cdot Fe}{\sum Fe}$$

$$\text{b) \% tranmisi pigmentasi} = \frac{\sum T \cdot Fp}{\sum Fp} \text{ (Ahmad, 2015).}$$

Keterangan :

T : nilai transmisi

Fe : faktor efektivitas eritema

Fp : faktor efektivitas pigmentasi

Tabel 3.4 Persentase Transmisi Sinar UV

Klasifikasi	Persen transmisi sinar ultraviolet (%)	
	<i>Erythematous range</i>	<i>Tanning range</i>
<i>Total block</i>	<1,0	2 - 40
<i>Extra protection</i>	1 - 6	42 - 86
<i>Regular suntan</i>	6 - 12	45 - 86
<i>Fast tanning</i>	10 - 18	45 - 86

(Sami, *et al.*, 2015)

3.7. Analisa Data

Data hasil yang didapatkan dianalisis dengan metode uji normalitas, uji homogenitas, uji statistik *Oneway ANOVA* dan non parametrik uji *Kruskall Wallis* dengan tingkat ketelitian 95% dengan tujuan untuk mengetahui perbedaan yang signifikan pada sediaan krim tabir surya ekstrak etanol temu hitam (*Curcuma aeruginosa* Roxb.).