

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan dari bulan Januari sampai Maret 2025 di Laboratorium Teknologi Sediaan Farmasi. Waktu yang digunakan peneliti untuk penelitian ini dilaksanakan sejak tanggal dikeluarkan ijin penelitian dalam kurun waktu kurang lebih 3 bulan.

3.2 Alat & Bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah neraca analitik, hotplate, mortir dan stemper, blender (COSMOS), gelas beaker (*PYREX*), gelas ukur (IWAKI), cawan porselen, kaca bening, pipet ukur, tabung reaksi, spatula, sendok tanduk, oven, *waterbath*, wadah kosong *body scrub*, stik pH universal, *Climatic Chamber*, kemudian alat beban 50 g dan 100 g.

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah serbuk beras ketan putih dan kulit jeruk nipis, asam stearate, setil alkohol, metil paraben, propilenglikol, natrium lauryl sulfat, trietanolamin, paraffin cair, propil paraben, aquadest, serbuk magnesium, asam klorida pekat dan asam klorida.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini bersifat eksperimental untuk mengetahui stabilitas fisik sediaan *body scrub* serbuk kulit jeruk nipis (*Citrus aurantifolia* (Christm.) Swingle) dan beras ketan putih (*Oryza sativa* Linn).

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Pengumpulan Sampel

Beras ketan putih didapatkan Pesawahan Desa Rangdumulya Kecamatan Pedes Kabupaten Karawang Jawa Barat. Sampel berupa beras dari tanaman beras

ketan putih yang sudah panen dengan jenis lokal IR-64 ketan grendel. Pada kulit jeruk nipis didapatkan Perkebunan Desa Kadengmangan, Demangharjo Kecamatan Warureja Kabupaten Tegal. Sampel berupa kulit dari tanaman jeruk nipis yang sudah tua dengan warna hijau kekuningan.

3.4.2 Determinasi Tanaman

Identifikasi beras ketan putih (*Oryza sativa* Linn) dan kulit jeruk nipis (*Citrus aurantifolia* (Christm.) Swingle) dilakukan di Laboratorium Bahan Alam Prodi Farmasi S-1, Fakultas Ilmu Kesehatan, Universitas Bhamada Slawi.

3.4.3 Pembuatan Serbuk Simplisia

Diawali dengan mencuci bersih beras ketan putih kemudian disortir basah untuk menghilangkan kotoran yang berada dalam beras ketan putih lalu dikeringkan selanjutnya menghaluskan beras ketan putih menggunakan blender lalu diayak menggunakan ayakan mesh 16. Pada buah jeruk nipis mula-mula dipisahkan buah dengan kulitnya lalu dicuci sampai bersih dan dikeringkan, kemudian iris tipis kulit jeruk lalu dihaluskan menggunakan blender dan diayak menggunakan ayakan mesh 16.

3.4.4 Uji Skrining Fitokimia

Uji skrining yang dilakukan menggunakan uji tabung dengan cara:

3.4.4.1 Flavonoid

Sebanyak 10 g simplisia ditimbang kemudian ditambahkan 100 mL air panas, didihkan selama 5 menit dan disaring dalam keadaan panas, filtrat yang diperoleh kemudian diambil 5 mL lalu ditambahkan 0,1 g serbuk magnesium dan 1 mL asam klorida pekat (HCl) lalu amati perubahan warna yang terjadi. Flavonoida positif jika terjadi warna merah, kuning, jingga pada larutan (Hairiyah et al., 2022).

3.4.4.2 Saponin

Sebanyak 0,5 g simplisia dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan ditambahkan 10 ml air panas, didinginkan kemudian kocok kuat selama 10 detik, timbul busa yang mantap tidak kurang dari 10 menit setinggi 1 sampai 10 cm, pada penambahan 1 tetes asam klorida 2 N buih tidak hilang (Hairiyah et al., 2022).

3.4.5 Standardisasi Simplisia

3.4.3.1 Uji Penetapan Kadar Air

Sebanyak 1 g simplisia ditimbang dalam cawan yang telah ditara. Lalu dikeringkan pada suhu 45°C selama ± 24 jam di dalam oven. Kemudian masukan cawan dalam desikator hingga suhu kamar dan dicatat bobot tetap yang diperoleh penetapan kadar air yang baik pada simplisia adalah tidak melebihi 10% (Pandapotan Marpaung & Septiyani, 2020). Rumus dalam menentukan penetapan kadar air yaitu:

$$\text{Kadar air} = \frac{A - B}{A} \times 100\%$$

Keterangan:

A : bobot sampel sebelum dipanaskan

B : bobot sampel setelah dipanaskan

3.4.3.2 Uji Penetapan Susut Pengerinan

Sebanyak 1 g simplisia ditimbang dalam cawan yang sebelumnya telah dipanaskan pada suhu 105°C selama 30 menit dan ditimbang. Ratakan dengan menggoyangkan hingga merupakan lapisan setebal (5-10mm). Lalu, dikeringkan pada suhu penetapan hingga bobot tetap. Buka tutupnya dan biarkan cawan dalam desikator hingga suhu kamar. Kemudian dicatat bobot tetap yang diperoleh

penetapan susut pengeringan yang baik adalah pada kadar kurang dari 10% (Kemenkes RI, 2022). Persentase susut pengeringan dihitung dengan rumus:

$$\text{Susut pengeringan} = \frac{\text{berat sari air (g)}}{\text{berat simplisia (g)}} \times 100\%$$

3.4.3.3 Uji Penetapan Kadar Abu Total

Sebanyak 2 g simplisia ditimbang dan dimasukkan dalam krus silikat yang sebelumnya telah dipijarkan dan ditimbang. Kemudian simplisia dipijar dengan menggunakan tanur secara perlahan-lahan hingga arang habis. Kemudian dinginkan dalam desikator dan ditimbang hingga bobot tetap, penetapan kadar abu total yang baik untuk simplisia adalah tidak lebih dari 16,6% (Kemenkes RI, 2022).. Lalu dihitung kadar abu total yang dinyatakan dalam % (b/b) dalam rumus:

$$\text{Kadar abu total} = \frac{\text{bobot abu (g)}}{\text{bobot simplisia (g)}} \times 100\%$$

3.4.3.4 Uji Penetapan Kadar Abu Tidak Larut Asam

Didihkan abu yang sudah diperoleh pada penetapan kadar abu total dengan 25 mL asam klorida encer P (HCl) selama 5 menit. Kumpulkan bagian yang tidak larut dalam asam, kemudian disaring melalui kertas saring bebas abu lalu dicuci dengan air panas dan dipijarkan hingga bobot tetap kemudian ditimbang, penetapan kadar abu tidak larut asam yang baik untuk simplisia adalah tidak lebih dari 2,60% (Kemenkes RI, 2022). Lalu dihitung kadar abu yang tidak larut dalam asam terhadap bobot simplisia awal dengan rumus:

$$\text{Kadar abu tidak larut asam} = \frac{\text{bobot abu (g)}}{\text{bobot simplisia (g)}} \times 100\%$$

3.4.6 Formulasi

Berikut formulasi sediaan *body scrub* yang akan digunakan dalam penelitian ini :

Tabel 3.1 Formulasi Beras Ketan Putih dan Kulit Jeruk Nipis

Bahan	Formulasi (%)				Standar (Goel et al., 2023)	Fungsi
	F0	F1	F2	F3		
Beras ketan putih	-	1	3	5	-	Zat aktif
Kulit jeruk nipis	-	12	10	8	-	Zat aktif
Asam stearat	10	10	10	10	1-20%	Emulgator
Trietanolamin	2	2	2	2	2-4%	Emulgator
Setil alkohol	2	2	2	2	2-5%	Emulgator
Natrium Lauryl Sulfat	1	1	1	1	1%	Surfaktan
Propilen Glikol	15	15	15	15	15-30%	Humektan
Paraffin Cair	5	5	5	5	5-10%	Pelembab
Metil Paraben	0,3	0,3	0,3	0,3	0,02-0,3%	Pengawet
Propil Paraben	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01-0,6%	Pengawet
Aquadest add	100	100	100	100	ad 100%	Pelarut

3.4.7 Pembuatan Sediaan *Body Scrub*

Tahap pembuatan pertama dilakukan dengan menyiapkan alat dan bahan. Pembuatan *body scrub* diawali dengan menghaluskan beras ketan putih dan kulit jeruk nipis dengan menggunakan blender lalu diayak agar terpisah dari kotoran. Kemudian pembuatan basis sediaan *body scrub* dilakukan dengan melakukan tahap pencampuran. Selanjutnya meleburkan asam stearat dan setil alkohol di atas *waterbath* menggunakan cawan porselen, kemudian pembuatan fase air dengan cara memasukkan aquadest, metil paraben, kemudian ditambahkan propilenglikol, natrium lauryl sulfat serta trietanolamin ke dalam *beaker glass*. Membuat fase minyak dengan cara memasukkan asam stearat, setil alkohol, paraffin cair serta

ditambahkan propil paraben ke dalam mortir yang telah dipanaskan. Serbuk beras ketan putih dan serbuk kulit jeruk nipis ditambahkan ke fase minyak. Terakhir dicampurkan fase air dan fase minyak ke dalam mortir yang sebelumnya telah dipanaskan, diaduk sampai homogen dan terbentuk sediaan lulur, masukkan ke dalam wadah (Yuliana *et al.*, 2021).

3.4.8 Uji Evaluasi Sediaan *Body Scrub*

3.4.8.1 Uji Organoleptis

Uji organoleptis dimaksudkan untuk melihat tampilan fisik suatu sediaan. Pemeriksaan meliputi bentuk, warna, dan bau sediaan. Sediaan dinyatakan stabil, apabila bentuk, warna dan bau secara visual sama setelah selesai pembuatan dan berdasarkan pengamatan secara visual.

3.4.8.2 Uji Homogenitas

Pengujian dilakukan dengan proses sebagian dari sediaan diletakkan pada sepotong kaca maupun bahan yang transparan, sediaan harus homogen dengan ditandai tanpa adanya butiran kasar yang terlihat jelas (Sinala *et al.*, 2019).

3.4.8.3 Uji pH

Uji pH dilakukan dengan cara mencelupkan alat pH meter ke dalam sediaan kemudian dicatat nilai pH yang tertulis secara digital, pH sediaan topical dikatakan baik ketika ada diantara pH 4,5-6,5 (Sinala *et al.*, 2019).

3.4.8.4 Uji Daya Lekat

Sebanyak 0,5 g lulur dioleskan diatas gelas obyek yang sudah diketahui luasnya. Diletakkan gelas obyek yang lain pada lulur tersebut kemudian ditekan

dengan beban 1 kg selama 5 menit. Dicatat waktu hingga kedua gelas obyek terpisah (Azkiya *et al.*, 2017).

3.4.8.5 Uji Daya Sebar

Uji ini dibutuhkan 0,5 g lalu diletakkan pada tengah kaca berskala. Dan ditumpukkan dengan kaca transparan lainnya diatas *body scrub* dibiarkan selama 1 menit, selanjutnya diberi beban pada masing-masing sediaan berturut-turut sebesar 50 g dan 100 g dibiarkan selama 1 menit selanjutnya dihitung luas sediaan yang dihasilkan. Daya sebar yang baik setara 5-7 cm (Sinala *et al.*, 2019).

3.4.8.6 Uji Stabilitas

Uji stabilitas dilakukan dengan metode *cyclng test* dimana suatu pengujian yang dipercepat dengan menyimpan sampel pada suhu 4°C selama 24 jam lalu dipindahkan kedalam oven yang suhunya 40°C selama 24 jam. Perlakuan tersebut merupakan 1 siklus. Perlakuan diulangi sebanyak 6 siklus. Uji ini bertujuan untuk melihat apakah sediaan mampu bertahan tanpa perubahan signifikan terhadap karakteristik fisik maupun kimianya ketika menghadapi kondisi penyimpanan yang tidak stabil. Selanjutnya dilakukan pengamatan dengan parameter uji organoleptis, homogenitas, pH, daya sebar dan daya lekat (Leny *et al.*, 2021).

3.5 Analisis Data

Data yang diperoleh dari hasil penelitian uji stabilitas fisik sediaan *body scrub* serbuk kulit jeruk nipis dan beras ketan putih dianalisis dengan uji sediaan secara deskriptif, kemudian dianalisis menggunakan uji *One-way ANOVA* dan pengolahan menggunakan program SPSS (*Statistical Package for the Social Sciences*).