

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan selama 4 bulan dari bulan Januari sampai bulan April 2024 di Laboratorium Teknologi Sediaan Farmasi S1 Fakultas Ilmu Kesehatan Universitas Bhamada Slawi.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat Penelitian

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini adalah timbangan digital, Oven, *blander*, toples, *rotary evaporator*, kertas saring, labu ukur (*pyrex*), erlemeyer (*pyrex*), pipet tetes, mortir dan stemper, pH laksmus (*jenway*), beaker glass (*pyrex*), gelas ukur (*pyrex*), spatel, sendok tanduk, batang pengaduk, kompor listrik, corong, sudip, gelas ukur (*pyrex*), cawan porselin, tabung reaksi, kaca arloji, kaca objek, *stopwatcah*, viscotester *brookfield*, *skin moisture detector*, *moisture analyser*, *macerator magnetic stirerr* (M-MS).

3.2.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan pada pembuatan kutek kuku adalah Ekstrak kulit melinjo, Ekstrak kayu secang, PVA, CMC-Na, gliserin, triethanolamin (TEA), metil paraben, propil paraben, oleum rosae, aquadet, etanol 96%, serbuk mg, metanol, HCl pekat, FeCl₃ 5%, HCl 2%, pereaksi dragendroff,

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini dilakukan menggunakan metodologi penelitian eksperimental yaitu metode penelitian yang dapat menguji secara benar hipotesis menyangkut hubungan kasual (sebab akibat), dengan variabel sebagai berikut:

a. Variabel bebas

Variabel bebas adalah variabel dalam suatu eksperimen yang dapat dimanipulasi oleh peneliti. Variabel bebas dalam penelitian ini yaitu konsentrasi ekstrak kulit buah melinjo sebanyak 4%, 5% dan 6%. Konsentrasi pada ekstrak kayu secang sebanyak 3%, 2% dan 1%.

b. Variabel Terikat

Variabel terikat adalah variabel yang tidak dapat dimanipulasi oleh peneliti. Variabel terikat dalam penelitian ini yaitu uji sifat fisik pada sediaan kutek kuku ekstrak kulit buah melinjo dan ekstrak kayu secang.

c. Variabel Terkendali

Variabel terkendali adalah variabel yang diupayakan untuk dinetralisasikan oleh peneliti atau variabel yang berisi hal-hal di lingkungan yang dikondisikan sama dan terkendali pada saat penelitian berlangsung. Variabel terkendali yang digunakan tempat pengambilan sampel, metode ekstraksi yang digunakan yaitu maserasi, dan proses pembuatankutek kuku.

3.4 Prosedur Penelitian

Penelitian ini dilakukan serangkaian kegiatan yang dilaksanakan peneliti secara teratur dan sistematis untuk mencapai tujuan dari penelitian.

Adapun tahapan prosedur penelitian ini meliputi:

3.4.1 Pengambilan Sampel

Sampel yang digunakan yaitu kulit buah melinjo merah diperoleh dari pekarangan dekat rumah di Desa Gumayun, Kecamatan Dukuhwaru Kabupaten Tegal, dan kayu secang diperoleh dari Wisata Kalibakung Jamu (WKJ), Desa Kalibakung, Kabupaten Tegal.

3.4.2 Determinasi

Determinasi dilakukan untuk memastikan keberadaan tanaman yang digunakan dalam penelitian ini. Determinasi dilakukan di Laboratorium Bahan Alam Farmasi Prodi Farmasi S1 Universitas Bhamada Slawi.

3.4.3 Pembuatan Simplisia

Sebanyak 4 kg buah melinjo yang sudah tua (berwarna merah) dicuci menggunakan air mengalir, diawali dengan sortasi basah terhadap tanaman melinjo tujuannya agar terbebas dari bahan-bahan asing atau pengotor lain. Ambil bagian yang diinginkan yaitu kulitnya. Hasil kulit melinjo dibersihkan kembali dengan air bersih, kemudian kulit melinjo dirajang, selanjutnya

kulit melinjo yang sudah dirajang dikeringkan di lemari pengering pada suhu 40-50°C sampai diperoleh simplisia kering. Setelah kering dihaluskan menggunakan blender sampai diperoleh serbuk kasar (Puspadi et al., 2022).

Sebanyak 3 kg serutan kayu secang dipotong sampai menjadi bagian kecil-kecil, kemudian diblender sampai halus sampai didapat simplisia kayu secang dalam bentuk serbuk (Ramani et al., 2021).

3.4.4 Pembuatan Ekstrak

1) Kulit Melinjo

Sebanyak 400 gram serbuk kulit melinjo di maserasi dengan etanol 96% sebanyak 4 Liter (1:10) di dalam wadah kaca dan ditunggu selama 3 hari (dilakukan pengadukan setiap hari menggunakan alat *macerator magnetic stirerr* (M-MS) selama 10 menit). Setelah 3 hari disaring dengan menggunakan kain flanel kemudian disaring kembali menggunakan kertas saring 2 lapis. Filtrat yang diperoleh dipekatkan dengan alat rotary evaporator dan diuapkan kembali menggunakan waterbath hingga diperoleh ekstrak kental (Puspadi et al., 2022).

2) Kayu Secang

Sebanyak 400 gram serbuk kayu secang di maserasi dengan etanol 96% sebanyak 4 Liter (1:10) di dalam wadah kaca dan ditunggu selama 3 hari (dilakukan pengadukan setiap hari

menggunakan alat *macerator magnetic stirerr* (M-MS) selama 10 menit). Setelah 3 hari disaring dengan menggunakan kain flanel kemudian disaring kembali menggunakan kertas saring 2 lapis. Filtrat yang diperoleh dipekatkan dengan alat rotary evaporator dan diuapkan kembali menggunakan waterbath hingga diperoleh ekstrak kental (Pratiwi & Nurmala, 2020).

Rumus perhitungan rendemen :

$$\% \text{ Rendemen} = \frac{\text{bobot ekstrak yang didapat (g)}}{\text{bobot sampel yang diekstraksi (g)}} \times 100\%$$

3.4.5 Parameter Ekstrak

Parameter ekstrak merupakan aspek yang tidak berkaitan dengan aktivitas farmakologi secara langsung tetapi mempengaruhi aspek keamanan dan kestabilan pada ekstrak serta sediaan yang akan dihasilkan. Parameter ekstrak terdiri dari uji organoleptis, uji kadar air, uji bebas etanol (Maryam et al., 2020).

a. Uji Organoleptis

Uji organoleptis ini meliputi bentuk, warna, bau, dan rasa pada ekstrak (Andrian et al., 2018).

b. Uji Kadar Air

Uji kadar air ini menggunakan alat *moisture analyser* di set pada suhu 105°C, sebanyak 1 gram ekstrak diratakan di atas pan kemudian alat ditutup kembali. Alat akan memanaskan sampel hingga menunjukkan nilai kadar air sampel yang terbaca ($\pm 3-5$ menit). Syarat uji kadar air yang baik untuk ekstrak

kental yaitu 5-30% (Utami et al., 2017).

c. Uji Susut Pengeringan

Ekstrak ditimbang sebanyak 1 gram, kemudian dimasukan ke dalam botol timbang yang sebelumnya telah dipanaskan pada suhu 105°C selama 30 menit. Ekstrak diratakan menggunakan batang pengaduk, keringkan ekstrak dengan keadaan tutup botol terbuka di dalam oven pada suhu 105°C hingga bobot tetap. Sisa-sisa zat setelah pengeringan pada suhu 105°C selama 30 menit ditimbang sampai beratnya konstan. Menurut Farmakope Herbal Edisi 1 Susut pengeringan yang baik < 10% (Anonim,2000).

Rumus perhitungan susut pengeringan :

$$\text{Susut Pengeringan} = \frac{\text{Bobot 1} - \text{Bobot 2}}{\text{Bobot 1}} \times 100\%$$

Keterangan:

Bobot 1 : Berat ekstrak sebelum pemanasan

Bobot 2 : Bobot ekstrak setelah pemanasan (Anonim, 2000).

3.4.6 Skrining Fitokimia

Skrining fitokimia dilakukan secara kualitatif untuk mengetahui kandungan senyawa suatu ekstrak. Senyawa yang dianalisis adalah flavonoid, tanin, alkaloid dan saponin. Uji skrining fitokimia dilakukan sebelum dan sesudah diklorofilasi.

a. Uji Senyawa Flavonoid

Sebanyak 1 gram ekstrak, dilarutkan dalam 2 ml metanol, kemudian ditambahkan 0,1 g serbuk Mg dan 1 mL HCL pekat.

Senyawa flavonoid ditunjukkan dengan terbentuknya warna merah (Puspadina et al., 2022).

b. Uji Senyawa Tanin

Sebanyak 1 gram ekstrak, diencerkan menggunakan aquadest sampai tidak berwarna. Larutan diambil sebanyak 2 mL dan ditambahkan pereaksi FeCl₃ 5%. Jika terjadi berwarna hijau, biru atau kehitaman menunjukkan adanya tanin (Puspadina et al., 2022).

c. Uji Senyawa Alkaloid

Sebanyak 1 gram ekstrak, masukkan ke dalam tabung reaksi, lalu ditambahkan HCl 2% sebanyak 1 mL dan ditambahkan 2-3 tetes pereaksi dragendroff. Dinyatakan adanya senyawa alkaloid jika terbentuk endapan berwarna jingga sampai merah coklat (Wijaya et al., 2014).

d. Uji Senyawa Saponin

Dilakukan dengan metode fort yaitu dengan 2 ml sampel kedalam tabung reaksi kemudian ditambahkan 10 ml akuades lalu dikocok selama 30 detik amati perubahan yang terjadi. Hasil positif dengan terjadinya pembentukan busa yang berbentuk busa setinggi 1-10 cm selama tidak kurang dari 10 menit setelah pengocokan (Hanani, 2016).

3.4.7 Formulasi Sediaan Kutek Kuku *Peel Off*

Tabel 3.1 Formula sediaan kutek kuku *peel off* kombinasi ekstrak kulit melinjo (*Gnetum gnemon* Linn.) dan ekstrak kayu secang (*Biancaea sappan* L.)

| Bahan | Konsentrasi (%) | | | | Range (%) | Fungsi | Literatur |
|-----------------------|------------------------|-----------|-----------|-----------|------------------|-------------------------|---------------------------|
| | F0 | F1 | F2 | F3 | | | |
| Ekstrak kulit melinjo | 0 | 4 | 5 | 6 | - | Zat aktif | (Rahmawati & Erwin, 2022) |
| Ekstrak kayu secang | 0 | 3 | 2 | 1 | - | Zat aktif | (Indriaty et al., 2021) |
| PVA | 3 | 3 | 3 | 3 | 2-5 | <i>Filming agent</i> | (Rowe et al., 2009) |
| Na-CMC | 1 | 1 | 1 | 1 | 3,0-6,0 | <i>Gelling agent</i> | (Rowe et al., 2009) |
| Gliserin | 5 | 5 | 5 | 5 | ≤ 30 | Humektan | (Rowe et al., 2009) |
| TEA | 2 | 2 | 2 | 2 | 0,4-0,5 | <i>Alkalizing agent</i> | (Rowe et al., 2009) |
| Metil paraben | 0,18 | 0,18 | 0,18 | 0,18 | 0,2-0,3 | Pengawet | (Rowe et al., 2009) |
| Propil paraben | 0,05 | 0,05 | 0,05 | 0,05 | 0,01-0,6 | Pengawet | (Rowe et al., 2009) |
| Oleum rosae | 0,05 | 0,05 | 0,05 | 0,05 | - | Pewangi | - |
| Aquadest | Ad 15 | Ad 15 | Ad 15 | Ad 15 | - | Pelarut | - |

Keterangan :

F0 = Kontrol negatif

F1 = Ekstrak kulit melinjo 4% dan ekstrak kayu secang 3%

F2 = Ekstrak kulit melinjo 5% dan ekstrak kayu secang 2%

F3 = Ekstrak kulit melinjo 6% dan ekstrak kayu secang 1%

3.4.8 Pembuatan Sediaan Kutek Kuku *Peel Off*

Pembuatan formula dilakukan dengan cara mengembangkan polivinil alkohol (PVA) dan Na-CMC dikembangkan dalam aquadest panas sambil diaduk hingga mengembang (massa 1).

Kemudian tambahkan triehanolamine (TEA) pada massa 1 dan aduk hingga homogen. Metil paraben dan propil paraben dilarutkan dalam gliserin (massa 2). Massa 1 dan massa 2 kemudian dicampurkan hingga homogen, tambahkan oleum rosae, tambahkan ekstrak kulit melinjo dan ekstrak kayu secang, cukupkan dengan aquadest sampai 15 mL (Indrawati et al., 2020).

3.4.9 Evaluasi Sediaan Kutek Kuku *Peel Off*

Dari metode penelitian ini dapat dilakukan uji evaluasi kutek kuku, sebagai berikut :

a. Uji Organoleptis

Uji organoleptik bertujuan untuk mengetahui warna, bau dan tekstur. Sediaan dinyatakan stabil, apabila bentuk, warna, bau dan tekstur secara visual (Wardani et al., 2021).

b. Uji Homogenitas

Pemeriksaan yang dilakukan dengan cara mengoleskan sediaan pada *objek glass* kemudian ditempel dengan *objek glass* lainnya, sediaan yang baik yaitu harus menunjukkan susunan homogen yang tidak terlihat adanya butiran kasar (Wardani et al., 2021).

c. Uji pH

Uji pH dilakukan menggunakan kertas universal. Diambil sebanyak 0,25 gram dilarutkan dalam aquadest sebanyak 5 mL kemudian dicelupkan kertas universl. Syarat pH sediaan kutek

kuku yang baik sesuai dengan pH kuku adalah 4,5 – 6,5 (Megawati et al., 2022).

d. Uji Viskositas

Uji viskositas dilakukan untuk mengetahui kekentalan suatu sediaan. Uji ini menggunakan alat viskometer ostwold. kemudian sediaan diletakkan dibawah spindel, kemudian spindel diturunkan sedikit demi sedikit hingga batas bawah sediaan. Nilai viskositas yang baik sediaan gel kutek kuku yaitu berkisar pada rentang 2000-5000 cps (Megawati et al., 2022).

e. Uji Daya Sebar

Uji daya sebar dilakukan untuk mengetahui kemampuan sediaan menyebar pada kuku ketika diaplikasikan. Jika pewarna kuku mempunyai daya sebar yang tinggi maka zat warna akan tersebar secara merata. Nilai yang baik untuk menyatakan daya sebar yang baik yaitu 5-7 cm (Megawati et al., 2022).

f. Uji Daya Lekat

Uji daya lekat dilakukan untuk mengetahui kemampuan sediaan dapat melekat pada kuku dalam waktu tertentu supaya dapat berfungsi secara maksimal. Uji daya lekat dilakukan dengan menimbang sebanyak 0,5 g sediaan kutek kuku kemudian diletakkan di titik tengah luasan *objek glass* yang telah ditandai dan ditutup dengan *objek glass* lain. Kemudian diberi beban 1 kg selama 5 menit lalu kedua *objek glass* yang

telah melekat 1 sama lain lalu dipasang pada alat uji yang diberi beban 80 gram. Setelah itu dicatat waktu sampai terpisahnya 2 *objek glass* tersebut (Megantara et al., 2017). Nilai untuk uji daya lekat yang baik yaitu lebih dari 4 detik (Megawati et al., 2022).

g. Uji Waktu Mengering

Uji waktu sediaan mengering dilakukan untuk mengetahui kemampuan mengering suatu sediaan dengan mengamati waktu menggunakan *stopwatch* dari saat mulai dioleskannya *peel off* pewarna kuku pada kaca hingga benar-benar terbentuk lapisan yang kering. Waktu mengering kutek gel *peel off* yang baik yaitu antara 10-15 menit (Megawati et al., 2022).

h. Uji Kelembaban

Pengujian efektivitas kelembaban menggunakan alat *Skin Moisture Detector*. Pengujian dilakukan terhadap 12 orang panelis. Pengujian dilakukan dikulit pada bagian punggung tangan. Pengujian dengan membandingkan keadaan kulit sebelum dan sesudah pemakaian sediaan dengan nilai parameter kelembaban. Sediaan dioleskan pada kulit panelis lalu dibiarkan hingga 12 jam. Pengukuran kondisi kulit dilakukan setiap hari selama 3 hari dengan pemberian sediaan setiap hari secara rutin pagi dan malam hari (Ambari, 2020).

i. Uji Hedonik

Uji hedonik sediaan akhir kutek kuku yang digunakan kemudian dilakukan penilaian yaitu warna, tekstur dan aroma. Skala penetapan ada 3 yaitu : suka, agak suka, dan tidak suka. Jumlah sukarelawan yang menilai ada 25 panelis dan hasil akhirnya akan disajikan dalam bentuk grafik supaya terlihat perbandingan pada masing-masing formula yang paling disukai responden (Furrahmi & Abadi, 2017).

3.5 Analisis Data

Data hasil penelitian ini menggunakan jenis penelitian eksperimental yang bersifat deskriptif yang meliputi uji organoleptis, uji pH, uji homogenitas, uji viskositas, uji daya sebar, uji daya lekat, uji waktu mengering, uji kelembaban, dan uji hedonik. Pada uji viskositas, uji daya sebar, uji daya lekat, uji waktu mengering, uji kelembaban, dan uji hedonik menggunakan SPSS (*Statistical Product and Service Solution*) 22. Langkah pertama hasil data yang di dapat kemudian dianalisis menggunakan *Shapiro-wilk* untuk menentukan normalitas data, kemudian dilanjutkan dengan uji *Homogeneity* untuk mengetahui data tersebut homogen atau tidak. Selanjutnya, jika data tersebut homogen, maka data dianalisis dengan *One Way Anova* untuk mengetahui perbedaan rata-rata diantara tiap kelompok. Apabila terdapat perbedaan dilanjutkan dengan uji *Post hoc LSD* jika $p<0,05$, sedangkan jika data yang dihasilkan tidak terdistrbusi dengan normal maka data dianalisis dengan *Kruskal-Wallis*.