

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan pada bulan November 2022- juli 2023. Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Biologi Farmasi dan Laboratorium Bahan Alam Prodi farmasi S1 Fakultas Ilmu Kesehatan Universitas Bhamada Slawi.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Seperangkat alat meserasi, timbangan analitik (Mettler Toledo), anak timbangan, mortir dan stemper, cawan porselen, batang pengaduk, pipet tetes, sudip, penjepit kayu, pot plastik, kertas perkamen, gelas ukur (Pyrex), erlenmeyer (Iwaki Pyrex), kaca arloji, kaca objek, pH stik dan viskometer brookfield (Welhome HQ-60W-12V).

3.2.2 Bahan

Sampel kulit buah semangka, aquadest, etanol 96%, HCl, pereaksi dragendrof, etil asetat, asam sulfat, FeCl_3 , propilen glikol, HPMC, trietano lamin (TEA), mica powder dan metil paraben.

3.3 Rancana Penelitian

Jenis penelitian ini bersifat eksperimental dengan menggunakan variabel bebas, variabel terikat dan variabel terkontrol,

3.3.1 Variabel bebas

Variabel bebas dalam penelitian ini yaitu ekstrak etanol kulit buah semangka (*Citrullus lanatus*).

3.3.2 Variabel terikat

Variabel terikat dalam penelitian ini yaitu uji stabilitas fisik sediaan Gel pelembap ekstrak kulit putih buah semangka (*Citrullus lanatus*).

3.3.3 Variabel terkontrol

Variabel terkontrol dalam penelitian ini adalah cara pengambilan sampel serta proses pembuatan gel pelembap ekstrak kulit putih buah semangka (*Citrullus lanatus*).

3.4 Prosedur Penelitian

Prosedur Penelitian formulasi sediaan gel ekstrak etanol buah kulit semangka (*Citrullus lanatus*) sebagai pelembap.

3.4.1 Determinasi Tanaman

Determinasi tanaman dilakukan di Laboratorium Biologi Farmasi Program Studi S1 Farmasi Fakultas Ilmu Kesehatan Universitas Bhamada Slawi untuk mengetahui kebenaran tentang determinasi tanaman yang akan diteliti. Oleh sebab itu kesalahan pada pengujian dapat dihindarkan.

3.4.2 Persiapan Tanaman

Sampel yang digunakan pada penelitian ini yaitu kulit putih buah semangka yang diambil dari kota Brebes jl. Dewi Sartika desa kedunguter Kabupaten Jawa Tengah.

3.4.3 Pembuatan Simplisia Kulit Buah Semangka

Bahan baku pada penelitian ini digunakan sampel dari beberapa kulit putih buah semangka (*Citrullus lanatus*). Sesudah pengumpulan bahan baku yang akan di ujikan kemudian dipisahkan kulit putih semangka dari daging semangka dan bagian kulit luar yang berwarna hijau, kemudian kulit putih buah semangka di cuci bersih untuk menghilangkan kotoran yang menempel, setelah itu dipotong kecil seperti dadu, terus sampel disimpan di dalam pendingin. Kemudian dimasukkan kulit putih semangka dalam blender dan dihaluskan menggunakan kecepatan tinggi selama kurang lebih 2 menit pada suhu 4°C (Agustia et al., 2020).

3.5 Pembuatan Ekstrak Kulit Buah Semangka

Sebanyak 600 gram bobot basah sampel yang sudah dihaluskan direndam dalam larutan etanol 96% yang mengandung 0,1% HCl (10.000 mL etanol 96% : 10 mL HCl). Sampel di meserasi selama 3 hari dan dilakukan pengadukan 1 kali sehari. Setelah dilakukan selama 3 hari, meserat dipisahkan dari residunya dengan cara disaring menggunakan kain bersih untuk memisahkan larutan meserasi dengan ampasnya lalu dibiarkan menguap pada temperatur 50°C pada *waterbath* hingga diperoleh ekstrak kental. Kemudian ekstrak kental diuapkan di atas *waterbath* dengan suhu 50°C sampai pelarut etanol menguap. Ekstrak yang sudah diperoleh ditimbang lalu ditutup menggunakan plastik wrap sebelum digunakan untuk pengujian (Lamage et al., 2019).

$$\% \text{ Rendamen} = \frac{\text{Berat ekstrak yang di dapat(g)}}{\text{Berat simplisia awal (g)}} \times 100\%$$

3.6 Standarisasi Ekstrak

Standarisasi ekstrak menggunakan susut kering. Sebanyak 1 gram ekstrak dimasukan pada pot timbang yang telah dipanaskan sebelumnya pada suhu 105⁰C selama 30 menit, terus ratakan. Lalu pot dibiarkan dingin dan tertutup di dalam desikator hingga suhu kamar, kemudian bobot yang diperoleh dicatat. Proses pengeringan diteruskan lalu ditimbang. Setelah itu, bobot tetap yang diperoleh dicatat. Batas rentang atau minimal yang diperoleh tidak boleh lebih dari 10% (Gangga, Purwati & Farida, 2017).

Kadar susut pengering dapat dihitung pada rumus :

$$\text{Susut pengeringan} = \frac{(w1-w0)-w2-w0}{w1-w0} \times 100\%$$

Keterangan:

W0 : bobot wadah kosong yang telah ditimbang
 W1 : bobot ekstrak + wadah sebelum pemanasan
 W2 : Bobot ekstrak + wadah setelah pemanasan

3.7 Uji Skrining Fitokimia

Uji skrining yang dilakukan yaitu:

3.7.1 Uji Alkaloid

Sebanyak 0,2 gram ekstrak dilarutkan pada 1 mL etanol 96%, lalu di masukkan ke dalam tabung reaksi, selanjutnya di tambahkan pereaksi Dragendroff 2-3 tetes (bismut nitrat dalam kalium iodida). Lalu diamati warna yang terjadi. Sampel yang mengandung alkaloid akan membentuk endapan berwarna jingga sampai kecoklatan (Harborne, 1987).

3.7.2 Uji Flavonoid

Sebanyak 0,2 gram ekstrak dilarutkan dalam 1 mL etanol 96% kemudian dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Selanjutnya, ditambahkan serbuk magnesium (Mg) dan diamati perubahan warna yang terjadi. Sampel yang mengandung flavonoid akan menunjukkan warna jingga hingga merah (Harbone, 1987).

3.7.3 Uji Terpenoid dan Steroid

Sebanyak 0,2 gram ekstrak dilarutkan dalam 1 mL etanol 96% dan dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Kemudian ditambahkan pereaksi Lieberman Burchard yang terdiri atas 2 tetes asam asetat anhidrat dan 1 tetes asam sulfat pekat, lalu diamati perubahan warna. Adanya senyawa golongan steroid ditunjukkan oleh perubahan warna menjadi hijau kebiruan, sedangkan senyawa golongan triterpenoid akan memberikan warna coklat atau violet (Harborne, 1987).

3.7.4 Uji Saponin

Sebanyak 0,2 gram ekstrak dilarutkan dalam 1 mL etanol 96% dan dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Setelah itu, ditambahkan 10 mL air panas, kemudian dikocok kuat selama 10 detik dan diamati perubahan yang terjadi. Keberadaan saponin ditunjukkan dengan terbentuknya buih setinggi 1–10 cm yang bertahan minimal 10 menit, dan tidak hilang setelah penambahan 1 tetes HCl 2 N (Harbone, 1987).

3.7.5 Uji Tanin

Sebanyak 0,2 gram ekstrak dilarutkan dalam 1 mL etanol 96% kemudian dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Selanjutnya, ditambahkan 3–4 tetes pereaksi FeCl_3 dan diamati perubahan warna yang terjadi. Sampel yang mengandung tanin akan menghasilkan warna biru kehitaman atau hijau kecokelatan (Harborne, 1987).

3.8 Formulasi Gel pelembap Ekstrak kulit putih buah semangka (*Citullus lanatus*)

Tabel. 3.1 Formulasi Sediaan Gel pelembap ekstrak kulit putih buah semangka

Bahan	F0	FI	FII	FIII	Fase	Kegunaan
Ekstrak kulit putih buah semangka (%)	-	1	2	3	-	Zat aktif
Metil paraben (%)	0,075	0,075	0,075	0,075	0,02-0,3%	Pengawet
propilenglikol	15	15	15	15	>15%	Humektan
HPMC	0,75	0,75	0,75	0,75	2-10%	Gelling agent
Trietanolamin (TEA) (%)	0,75	0,75	0,75	0,75	2-4%	Corigen
Mica powder	q.s	q.s	q.s	q.s	-	Saporis
Aquades add	100 mL	100 mL	100 mL	100 mL	-	Buffer
						Pelarut

3.9 Pembuatan Gel Pelembap Ekstrak Kulit Putih Semangka (*Citrullus lanatus*)

Alat dan bahan disiapkan, kemudian bahan ditimbang sesuai dengan formula. Aquades dipanaskan hingga mencapai suhu 70 °C, yang selanjutnya digunakan untuk mengembangkan Carbopol 940. Sebanyak 0,5 gram Carbopol 940 dikembangkan dalam 20 mL aquades selama 30 menit sambil diaduk secara kontinu hingga larut atau membentuk massa gel. Setelah itu, ditambahkan 2 gram TEA dan digerus hingga larut sempurna.

Sebanyak 0,075 gr metil paraben dilarutkan dengan 5 mL air, ditambahkan ke dalam mortar dan diaduk hingga homogen. Dilarutkan 15 gr propilenglikol dengan ekstrak kulit semangka hingga larut, ditambahkan ke dalam mortar, kemudian diaduk hingga homogen. Tambahkan sisa aquades lalu diaduk hingga homogen (Rahmawati & Setiawan, 2019).

3.10 Evaluasi Sediaan Fisik Gel Pelembap

3.10.1 Uji Organoleptis

Pemeriksaan organoleptis ini diamati menggunakan panca indra melalui warna, tekstur, dan bau dari sediaan Gel (Senja & Amalia, 2020).

3.10.2 Uji Homogenitas

Sebanyak 1 gram gel yang telah diformulasikan dioleskan secara merata pada kaca objek, kemudian diamati tingkat homogenitas dan kehalusan permukaannya. Sediaan dinyatakan memenuhi kriteria baik apabila tidak ditemukan adanya butiran kasar (Senja & Amelia, 2020).

3.10.3 Uji Daya Sebar

Sebanyak 0,5 gram gel ditimbang dan diletakkan di atas kaca, kemudian dibiarkan selama 1 menit. Setelah itu, diberikan beban seberat 150 gram dan dibiarkan selama 1 menit. Diameter sebaran gel kemudian diukur hingga mencapai nilai konstan (Slamet et al., 2020).

3.10.4 Uji pH

Pengukuran pH dilakukan menggunakan pH stik. Sampel gel sebanyak 1 gram diencerkan dengan 10 mL aquades dalam gelas beker. Elektroda pH stik kemudian dicelupkan ke dalam larutan tersebut untuk memperoleh nilai pH. Dicatat nilai pH yang ditunjukkan oleh alat (Yuniarsih et al., 2020).

3.10.5 Uji Viskositas

Pengukuran viskositas gel dilakukan menggunakan viscometer Brookfield dengan spindle nomor 4 yang dicelupkan ke dalam gel sebanyak 30 gram. Pengujian dilakukan pada kecepatan putar 30 rpm, kemudian nilai viskositas yang tertera pada alat dicatat (Yuniarsih et al., 2020).

3.10.6 Uji Kelembapan

Sebanyak lima panelis berusia 20–30 tahun dengan kondisi kelembapan kulit normal serta tidak menggunakan produk lain pada area uji dipilih sebagai subjek. Sediaan dioleskan pada permukaan kulit lengan bagian bawah dengan luas area 2×5 cm untuk setiap sampel, dengan penggunaan krim gel pelembap satu kali sehari setelah mandi. Sebelum pengukuran, panelis berada di ruang pengujian selama minimal 15 menit untuk beradaptasi dengan suhu dan kelembapan ruangan. Pengujian berlangsung selama enam jam, dan setelah aktivitas selama periode tersebut, kelembapan kulit panelis kembali diukur (Iskandar et al., 2019).

3.10.7 Analisis Data

Data hasil penelitian dianalisis menggunakan perangkat lunak SPSS (*Statistical Product and Service Solution*) versi 22.0 *for Windows* dengan metode *One Way ANOVA*.