

BAB III METODE PENELITIAN

A. Populasi dan Sampel

1. Populasi

Populasi adalah semua objek penelitian atau data dengan karakteristik tertentu yang akan diteliti. Populasi dalam penelitian ini adalah semua sediaan krim ceramide yang dibuat dengan variasi konsentrasi asam stearat dan TEA.

2. Sampel

Sampel adalah bagian dari populasi yang diteliti dan dianggap mewakili semua populasi. Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah formula sediaan krim dengan variasi konsentrasi asam stearat 15%, 16%, dan 17% dan TEA 2%, 3%, dan 4%.

B. Variabel Penelitian

1. Identifikasi Variabel Utama

Variabel utama memuat identifikasi dari semua variabel yang akan diteliti secara langsung. Variabel utama adalah variabel yang terdiri dari variabel bebas, variabel tergantung, dan variabel kendali. Variabel utama dalam penelitian ini adalah pengaruh variasi konsentrasi asam stearat dan TEA terhadap sifat fisik dan stabilitas sediaan krim ceramide.

2. Klasifikasi Variabel Utama

2.1 Variabel Bebas

Variabel bebas adalah variabel yang sengaja direncanakan untuk diteliti pengaruhnya terhadap variabel tergantung. Variabel bebas dari penelitian ini yaitu variasi konsentrasi asam stearat dan TEA dalam sediaan krim ceramide.

2.2 Variabel Tergantung

Variabel tergantung adalah variabel yang dipengaruhi oleh variabel bebas. Variabel tergantung dalam penelitian ini adalah sifat fisik krim (organoleptis, homogenitas, pH, viskositas, daya sebar, daya lekat, proteksi, dan tipe krim) dan stabilitas sediaan krim ceramide.

3. Definisi Operasional

- 3.1 Pengaruh adalah hubungan sebab akibat antara variabel bebas (Konsentrasi asam stearat dan TEA) dengan variabel terikat (sifat fisik dan stabilitas krim). Pengaruh ini diukur melalui perbandingan sifat fisik dan stabilitas sediaan krim dengan

ariasi konsentrasi asam stearat dan TEA yang berbeda yaitu untuk asam stearat 15%, 16,5%, dan 17% dan untuk TEA 2%, 2,5%, dan 4%.

- 3.2 Variasi konsentrasi asam stearat dan TEA adalah perubahan jumlah asam stearat yang akan ditambahkan dalam formulasi sediaan krim ceramide, variasi konsentrasi diukur dalam satuan persentase (%).
- 3.3 Sifat fisik adalah karaktersitik dari sediaan krim yang dapat diukur dan diamati secara langsung seperti:
 - a. Organoleptis adalah pengujian yang bertujuan untuk mengetahui tekstur, bau, serta warna pada sediaan krim yang dilakukan dengan menggunakan panca indra manusia.
 - b. Homogenitas adalah pengujian yang bertujuan untuk mengetahui bahan-bahan sediaan krim sudah tercampur secara merata.
 - c. pH adalah pengujian untuk mengetahui tingkat keasaman sediaan krim dengan menggunakan pH meter.
 - d. Viskositas adalah pengujian yang dilakukan untuk menguji konsistensi suatu krim.
 - e. Daya sebar adalah pengujian yang dilakukan untuk mengetahui kemampuan sediaan krim menyebar dipermukaan kulit.
 - f. Daya lekat adalah pengujian yang dilakukan untuk mengetahui kemampuan daya lekat sediaan krim terhadap kulit.
 - g. Tipe krim adalah pengujian untuk mengetahui tipe krim yang sebenarnya.
 - h. Daya proteksi adalah pengujian yang dilakukan untuk mengetahui kemampuan sediaan melindungi kulit dari pengaruh luar.
 - i. Stabilitas adalah kemampuan krim untuk mempertahankan sifat fisik dan kimia selama penyimpanan dalam jangka waktu yang lama.

C. Bahan dan Alat

1. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah tisu, sendok tanduk, batang pengaduk, kertas saring, kaca bulat, *hand sanitizer*, beaker glass 100 mL, gelas ukur 100 mL, cawan porselen, neraca digital analitik, penggaris, *moisture balance* (Ohaus), alat uji daya lekat, alat uji daya sebar, pH meter (Ohaus), viskometer (Brookfield), oven, dan lemari pendingin (kulkas).

2. Bahan

Bahan bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah ceramide, asam stearate, cetyl alcohol, Triethanolamin (TEA), glyserin, propilen glikol, metil paraben, propil praben, *aquadest*, etanol, indikator fenolftalein (PP), dan NaOH.

D. Formula Sediaan Krim Ceramide

Tabel 1. Rancangan Formula Krim Ceramide

Nama bahan	Konsentrasi (%)			Fungsi	Rentang Penggunaan
	F1	F2	F3		
Ceramide	5 %	5 %	5 %	Zat aktif	0,5 % - 10%
Asam stearat	15 %	16 %	17%	Emulsifier	1% - 20%
<i>Cetyl alkhol</i>	4 %	4 %	4 %	Emulsifier/Emolien	2% - 5%
TEA	2 %	3 %	4 %	Emulsifier/Pelembab	2% - 4%
Propilen Glikol	7 %	7 %	7 %	Pelembab/Humektan	1% - 10%
Metil paraben	0,2 %	0,2 %	0,2 %	Pengawet	0,1% - 0,8%
Glyserin	4 %	4 %	4 %	Humektan	2% - 10%
Propil paraben	2 %	2 %	2 %	Pengawet	0,1% - 2%
<i>Aquadest</i>	Ad 100	Ad 100	Ad 100	Pelarut	-

Keterangan:

F1: Ceramide dengan konsentrasi Asam Stearat 15% dan TEA 2%

F2: Ceramide dengan konsentrasi Asam Stearat 16% dan TEA 3%

F3: Ceramide dengan konsentrasi Asam Stearat 17% dan TEA 4%

E. Jalannya Penelitian

1. Identifikasi Bahan Aktif Ceramide

Identifikasi bahan aktif ceramide mengacu pada CoA dan *International Nomenclature of Cosmetic Ingredients* (INCI). Identifikasi bahan aktif ceramide terdiri dari:

1.1 Uji organoleptis

Uji organoleptis dilakukan secara visual dengan dilakukan dengan bantuan panca indra yang meliputi bentuk, warna, dan bau.

1.2 Uji *Loss On Drying* (LOD)

Uji LOD dilakukan menggunakan alat *moisture balance*.

Pengujian dengan cara menimbang 2 gram serbuk ceramide. Kemudian masukkan dalam plate/pan moisture, tutup moisture dan tekan mulai. Tunggu hingga keluar suara dan layar berkedip menunjukkan hasil akhir.

1.3 Uji Kelarutan di etanol

Uji kelarutan dilakukan dengan cara mengencerkan bahan aktif ceramide dengan etanol di beaker glass 100mL.

2. Pembuatan Sediaan Krim Ceramide

Pembuatan krim diawali dengan pemisahan bahan-bahan yaitu fase minyak (fase dalam) seperti asam stearat dan setil alkohol dimasukkan kedalam cawan porselin, kemudian ditambahkan propil paraben dan dilebur di atas *waterbath*. Fase air (fase luar) seperti TEA, propilenglikol, gliserin dan aquades dimasukkan kedalam beaker glass, kemudian ditambahkan dengan metil paraben. Fase minyak yang sudah melebur dituang kedalam mortir hangat, diaduk sampai homogen. Fase air ditambahkan sedikit demi sedikit sambil diaduk perlahan lahan hingga terbentuk massa krim. Ceramide dilarutkan dengan etanol kemudian dimasukkan ke dalam massa krim sedikit demi sedikit, dan diaduk sampai homogen.

3. Evaluasi sifat fisik sediaan krim ceramide

3.1 Uji Organoleptis

Uji organoleptis dilakukan secara visual dengan dilakukan dengan bantuan panca indra yang meliputi bentuk, warna, bau, dan konsistensi. Pengujian organoleptis pada masing masing formula dilakukan replikasi sebanyak 3 kali.

3.2 Uji Homogenitas

Uji homogenitas 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. Pengujian homogenitas dilakukan sebanyak 3 kali untuk mendapatkan hasil yang optimal.

3.3 Uji pH

Uji pH dilakukan menggunakan alat pH meter (Ohaus). Pengujian pH dilakukan dengan cara mencelupkan elektroda kedalam sediaan krim terhadap krim yang baru dibuat dan krim

yang telah disimpan. Pengujian pH dilakukan sebanyak 3 kali untuk mendapatkan hasil yang optimum.

3.4 Uji Viskositas

Uji viskositas dilakukan dengan menggunakan alat viskometer (Brookfield). Pengujian dilakukan dengan cara krim dimasukkan kedalam wadah, menggunakan spindel 7 dengan kecepatan 100 rpm. Pengujian viskositas dilakukan sebanyak 3 kali untuk mendapatkan hasil yang optimum.

3.5 Uji Daya Sebar

Uji daya sebar dilakukan dengan cara, kaca transparan diletakkan di atas kertas milimeter blok. Pada kaca tersebut diletakkan 0,5 g krim, kemudian ditutup dengan kaca transparan yang lain dan dibiarkan selama 1 menit untuk mendapatkan beberapa diameter penyebaran yang terbentuk. Kemudian dilanjutkan dengan menambahkan beban diatas kaca transparan tersebut beban 50, 100, dan 150 g dan diamati diameter penyebaran yang terbentuk. Pengujian daya sebar dilakukan sebanyak 3 kali untuk mendapatkan hasil yang optimum.

3.6 Uji Daya Lekat

Uji daya lekat dilakukan dengan cara, krim sebanyak 0,5 g diletakkan di atas object glass yang telah ditentukan luasnya (oleskan pada bagian yang halus) pada alat uji. *Object glass* yang lain (bagian permukaan yang halus) diletakkan di atas krim tersebut, kemudian diletakkan beban 500 g selama 5 menit. Beban seberat 80 g dilepaskan sehingga menarik *object glass* bagian bawah. Dicatat waktu yang diperlukan hingga kedua *object glass* terlepas. Pengujian daya lekat dilakukan sebanyak 3 kali untuk mendapatkan hasil yang optimum.

3.7 Uji Tipe Krim

Uji tipe krim dilakukan dengan metode pengenceran. Krim diambil secukupnya kemudian dimasukkan kedalam tabung reaksi dan diaduk hingga homogen, krim akan larut dengan air maka krim tipe M/A.

3.8 Uji Daya Proteksi

Uji daya proteksi dilakukan dengan cara memotong kertas saring dengan ukuran (10x10 cm), kemudian dibasahi dengan larutan fenolftalein (PP) sebagai indikator. Setelah itu kertas dikeringkan. Kertas tersebut diolesi dengan 0,5 g krim pada sisi

permukaan seperti lazimnya orang menggunakan krim. Buat area 2,5x2,5 cm sebanyak 3 tempat pada kertas saring yang lain, oleskan paraffin padat yang telah dilelehkan pada tepi area kertas saring yang telah dibuat. Kertas 2 ditempelkan diatas kertas area ditetesi dengan menggunakan NaOH encer P (4%). Amati timbulnya noda kemerahan pada bagian kertas yang telah dibasahi larutan PP. Dicatat waktu yang diperlukan mulai saat kertas ditetesi NaOH encer (P) hingga munculnya warna merah.

F. Stabilitas Sediaan Krim

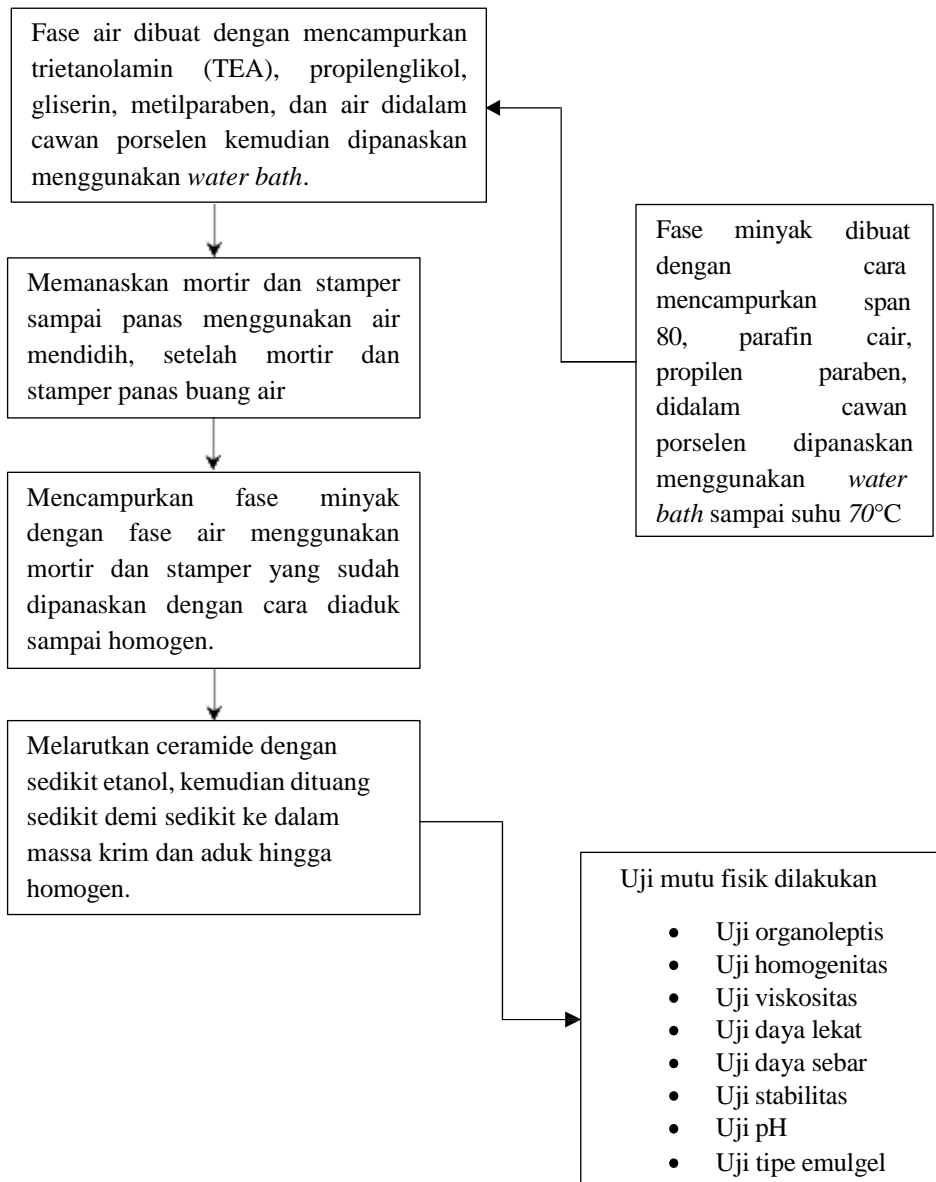
Uji stabilitas pada sediaan krim menggunakan metode *cycling test*. Dilakukan dengan cara sediaan krim disimpan dengan suhu rendah pada suhu 4 °C, dilakukan menggunakan lemari pendingin selama 6 siklus, suhu panas pada suhu 40 °C dilakukan menggunakan oven selama 6 siklus dimana tiap siklus diamati yang meliputi uji pH, organoleptis, homogenitas, daya lekat, daya sebar, daya proteksi, viskositas dan tipe krim.

G. Analisis hasil

Dengan menganalisis data hasil pengujian mutu fisik serta stabilitas sediaan krim ceramide, maka dapat ditentukan pengaruh variasi konsentrasi TEA dan asam stearat terhadap kualitas sediaan. Pengukuran mutu fisik dilakukan secara berulang pada setiap formula F1, F2, F3 selama periode tertentu, baik pada saat setelah pembuatan maupun setelah penyimpanan. Setiap pengujian dilakukan secara replikasi untuk memperoleh rata-rata dan standar deviasi yang representatif dari masing-masing parameter.

Metode *One Way Anova* kemudian digunakan untuk menganalisis data yang diperoleh secara statistik untuk menentukan apakah variasi kombinasi TEA dan asam stearat dalam formula krim ceramide memberikan pengaruh yang signifikan terhadap parameter mutu fisik dan stabilitas. Nilai F hitung dan F tabel digunakan untuk melakukan penentuan ini. Apabila $F_{hitung} > F_{tabel}$ maka terdapat perbedaan yang signifikan antar formula terhadap parameter uji dan $F_{hitung} < F_{tabel}$ maka tidak terdapat perbedaan yang signifikan. Karena hanya ada satu variabel bebas yang ingin diteliti yaitu variasi kombinasi asma stearat dan TEA, maka dipilih uji *One Way Anova*.

H. Skema Penelitian



Gambar 9. Skema Pembuatan Krim Ceramide