

## **BAB III METODE PENELITIAN**

### **A. Populasi Dan Sampel**

#### **1. Populasi**

Populasi dalam penelitian ini yaitu sediaan gel dengan basis *gelling agent* carbopol 940.

#### **2. Sampel**

Sampel yang digunakan adalah sediaan Gel Piroxicam dengan *gelling agent* carbopol 940 yang dibuat dalam berbagai variasi konsentrasi yaitu 0,5%, 1%, dan 1,5%.

### **B. Variabel Penelitian**

#### **1. Identifikasi Variabel Utama**

Variabel utama adalah semua variabel yang diidentifikasi dalam penelitian. dapat digolongkan menjadi variabel bebas, variabel terkontrol, dan variabel tergantung. Variabel utama dalam penelitian ini adalah formulasi dan evaluasi mutu fisik sediaan gel piroxicam dengan variasi konsentrasi basis carbopol 940.

#### **2. Klasifikasi Variabel Utama**

**2.1 Variabel bebas** yaitu variabel yang dapat diubah-ubah untuk diteliti yang dapat berdiri sendiri dan dapat mempengaruhi variabel lain seperti variabel tergantung. Variabel bebas dalam penelitian ini adalah konsentrasi carbopol 940 sebagai *gelling agent* dalam pembuatan gel piroxicam.

**2.2 Variabel terikat** adalah variabel yang diukur untuk mengetahui besarnya pengaruh pada variabel lain. Variabel terikat dalam penelitian ini yaitu uji mutu fisik sediaan seperti uji organoleptik, uji homogen, uji viskositas, uji pH, uji daya sebar, uji daya lekat, dan uji stabilitas.

**2.3 Variabel terkontrol** yaitu variabel yang mana efeknya pada variabel tergantung dan dapat dikendalikan oleh peneliti dengan menjadikan pengaruhnya netral. Variabel kendali dalam penelitian ini adalah proses pembuatan gel piroxicam menggunakan *gelling agent* carbopol 940 dan pencampuran dengan bahan lainnya yang berpengaruh pada mutu fisik serta stabilitas sediaan.

#### **3. Definisi Operasional Utama**

Gel piroxicam merupakan sediaan semi padat yang dibuat dengan menggunakan piroxicam dengan variasi konsentrasi *gelling*

*agent* carbopol 940. Pembuatan gel piroxicam ini diperlukan uji mutu fisik dan uji stabilitas. Mutu sediaan bertujuan untuk mengetahui apakah pada sediaan gel selama dalam penyimpanan mengalami perubahan terhadap sifat fisik. Kemudian diamati apakah ada terjadi perubahan sifat fisik pada hasil sediaan gel yang meliputi uji organoleptis, homogenitas, pH, viskositas, daya lekat dan uji daya sebar. Uji stabilitas dengan metode uji *Cycling Test* yang dilakukan dengan cara melihat kestabilan suatu sediaan yang diperlakukan dengan perubahan suhu dalam pengujiannya lalu kemudian dilihat kembali perubahan apa yang terjadi hal ini meliputi uji organoleptis, uji homogenitas, uji pH, uji daya sebar, uji daya lekat dan uji viskositas.

### C. Bahan dan Alat

#### 1. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu piroxicam, Carbopol 940, propilen glikol, triethanolamine (TEA), nipagin, etanol 70%, menthol dan aquadest.

#### 2. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu seperti alat timbangan analitik, kertas puyer, gelas ukur, stopwatch. Mortar dan stemper, Object glass, pipet tetes, pot gel, alat uji daya lekat, pH stick, pH meter, kaca objek, alat uji daya sebar, alat viscometer, sudip, batang pengaduk, dan sendok tanduk.

### D. Jalannya Penelitian

#### 1. Rancangan Formula Gel Piroxicam

Pada penelitian ini dibuat dalam 3 formula dengan variasi konsentrasi Carbopol 940. Formulasi dibuat dengan bobot 100 gram dengan konsentrasi bahan aktif yang sama sebagai berikut :

**Tabel 1. Formula Gel Piroxicam**

Bahan-bahan	Konsentrasi (%)			Khasiat
	F I	F II	F III	
Piroxicam aktif	0,5	0,5	0,5	Zat aktif
Carbopol	0,5	1	1,5	Basis gel
Propilen Glikol	4	4	4	Kosolven
TEA	0,6	0,6	0,6	Alkalizing agent
Methyl Paraben	0,06	0,06	0,06	Pengawet
Menthol	1,5	1,5	1,5	<i>Enhancer</i>
Etanol 70%	5	5	5	Pelarut
Aquadest	Ad 100	Ad 100	Ad 100	Pelarut

## 2. Pembuatan Sediaan Gel Piroxicam

Disiapkan semua alat dan bahan yang akan digunakan. Kemudian menimbang seluruh bahan sesuai dengan perhitungan formula. Setelah itu langkah pertama Carbopol 940 didispersikan dalam air hangat di dalam mortar dan didiamkan hingga mengembang lalu diaduk pelan hingga larut dan terbentuk massa gel yang baik dan jernih. Lalu menambahkan triethanolamine (TEA) per tetes sampai terjadi perubahan warna menjadi bening (campuran I). Selanjutnya, melarutkan piroxicam dengan etanol 70% , lalu menambahkan metil paraben dan propilenglikol ke dalam mortar dan diaduk ad homogen (campuran II). Setelah itu, dicampur campuran I dan II di dalam mortir, lalu diaduk ad homogen (campuran III). Ditambahkan menthol ke dalam campuran IV serta ditambahkan aquadest sedikit demi sedikit dan diaduk dengan stamper ad tepat larut.

## 3. Pengujian Mutu Fisik Gel

**3.1. Uji Organoleptis.** Uji organoleptis pada sediaan gel dilakukan dengan mengamati warna, bau dan bentuk dari sediaan gel. (Mappa, 2013). Uji organoleptis merupakan cara pengujian dengan menggunakan indera manusia untuk pengukuran terhadap mutu sediaan. Untuk melakukan uji organoleptis dilakukan secara visual untuk melihat bentuk dan warna sediaan, menggunakan indera pembau untuk mengetahui bau pada sediaan, mengambil sedikit sampel untuk melihat tekstur dan bentuk sediaan. Pada pengujian ini memperoleh hasil organoleptis dengan bentuk gel yang semi padat, berwarna transparan, dan tidak berbau.

**3.2. Uji Homogenitas.** Uji homogenitas dilakukan dengan cara gel dioleskan pada dua kenping kaca, sediaan harus homogen dan tidak terlihat kasar. Pada penelitian ini pengamatan dilakukan pada hari ke-1, hari ke-21 serta setelah dilakukan uji stabilitas (*Cycling Test*) untuk uji mutu fisik sediaan gel.

**3.3. Uji Ph.** Pengujian ini digunakan untuk mengetahui sifat sediaan berupa asam atau basa berdasarkan nilai pH yang diperoleh menggunakan pH meter. Dichelupkan alat elektroda pH meter ke dalam sediaan yang akan diukur, tunggu hingga angka pada layer stabil, dan catat nilai pH yang tertera. Rentang pH yang digunakan adalah 4,5-6,5 (Titaley, *et al.*, 2014) yang sesuai dengan pH kulit. Hal ini dikarenakan gel adalah sediaan topikal yang penggunaannya diatas permukaan kulit.

**3.4. Uji Daya Lekat.** Uji daya lekat dilakukan dengan cara mengambil sediaan gel sebanyak 0,5 gram lalu gel diletakkan pada kaca objek dan kemudian ditutup dengan kaca objek yang lain. Kaca objek ditekan dengan beban berat 1 Kg selama 5 menit kemudian beban dilepaskan dari kaca objek yang dipasang pada alat uji daya lekat, tarik tuas yang dikaitkan dengan benang lalu catat waktu pelepasan gel antara 2 kaca objek menggunakan stopwatch. Penentuan pada daya lekat adalah berapa lama waktu yang diperlukan sampai kedua kaca objek terlepas. Syarat uji daya lekat yang baik yaitu lebih dari 1 detik (Yusuf, dkk, 2017).

**3.5. Uji Daya Sebar.** Uji daya sebar dilakukan dengan cara mengambil sediaan gel sebanyak 0.5gram gel lalu diletakkan ditengah kaca bulat yang telah diberi skala, kemudian ditutup dengan kaca dan diberi beban seberat 50 gram, 100 gram, 150 gram lalu dibiarkan dengan waktu masing-masing 1 menit setelah itu catat diameter gel. Uji daya sebar yang memenuhi syarat sediaan gel yaitu 5-7cm (Nofriyanti *et al.*, 2020).

**3.6. Uji Viskositas.** Pada Pengukuran viskositas dilakukan menggunakan alat *DV2 T viscometer*. Gel dituang kedalam beaker glass, lalu pasang alat *viscometer v-02* menggunakan rotor nomor 6. Setelah alat *viscometer* dipasang tekan tombol *on off* untuk menjalankan rotor agar dapat mengukur viskositas dari sediaan gel. Pengukuran rpm dibaca skalanya ketika jarum pemunjuk skala telah stabil. Syarat viskositas gel yang baik ada pada rentang 2.000-4000 Cp dengan viskositas optimal 200 cP. (purwaningsih *et al.*, 2020).

**3.7. Uji Stabilitas.** Pengujian stabilitas sediaan gel pirxicam dilakukan dengan menggunakan metode *cycling test*. Pengujian *cycling test* dilakukan dengan melihat kestabilan suatu sediaan yang diperlakukan dengan perubahan suhu dalam pengujiannya. Metode *cycling test* dilakukan selama 6 siklus (sediaan disimpan pada suhu 4 derajat celcius dalam waktu 24 jam kemudian sampel dipindahkan pada suhu 40 derajat celcius dalam waktu 24 jam. Proses ini dikatakan sebagai 1 siklus). Parameter yang digunakan dalam pengujian stabilitas terhadap suhu adalah uji organoleptis, uji homogenitas, uji pH, uji daya sebar, uji daya lekat, dan uji viskositas. Uji stabilitas dilakukan untuk melihat perubahan sebelum dan setelah pengujian.

### **E. Analisis Hasil**

Gel Piroxicam dari setiap formula dilakukan uji mutu fisik yang meliputi uji organoleptis, homogenitas, pH, viskositas, daya sebar, daya lekast, dan uji stabilitas sediaan gel. Uji stabilitas gel terhadap suhu dilakukan dengan metode *cycling test*. Data yang diperoleh dari hasil pengujian sifat fisik gel di analisis secara statistik menggunakan Analysis of Variance (ANOVA) one way (Atmaja, 2006). hasil data diolah menggunakan aplikasi SPSS (*Statistical Product and Service Solutions*). Kemudian untuk mengetahui stabilitas sediaan gel natrium diklofenak data dianalisis secara statistik menggunakan Uji Paired Sample T-test.