

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

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

##### **1. Populasi**

Populasi dalam penelitian ini yaitu krim yang mengandung minyak Jagung (*Corn Oil*) yang diperoleh dari *Pharmapreneur store*, Depok, Jawa Barat.

##### **2. Sampel**

Sampel yang digunakan pada penelitian ini yaitu minyak jagung (*Corn Oil*) pada konsentrasi minyak 5%, 10% dan 15% yang dibuat dalam sediaan krim.

#### **B. Variabel Penelitian**

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

Variabel utama pertama pada penelitian ini adalah krim minyak jagung (*Corn Oil*) yang diperoleh dari *Pharmapreneur store*, Depok, Jawa Barat.

Variabel utama kedua, krim tabir surya konsentrasi minyak jagung (*Corn Oil*) 5%, 10% dan 15% dengan oktil metoksisinamat.

Variabel utama ketiga, mutu fisik dan aktivitas daya proteksi *Sun Protecting Factor (SPF)* krim tabir surya konsentrasi minyak jagung (*Corn Oil*) 5%, 10% dan 15% dengan oktil metoksisinamat.

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

Variabel utama yang sudah diidentifikasi dapat diklasifikasikan menjadi beberapa variabel antara lain; variabel bebas, variabel terkendali, dan variabel tergantung.

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah krim minyak jagung (*Corn Oil*) dengan konsentrasi 5%, 10% dan 15%.

Variabel terkendali dalam penelitian ini adalah variabel yang mempengaruhi variabel tergantung sehingga perlu ditetapkan kualifikasinya agar hasil yang diperoleh tidak tersebar dan dapat diulang oleh peneliti secara tepat.

Variabel terkendali dalam penelitian ini adalah minyak jagung (*Corn Oil*), suhu, kondisi penelitian, kondisi laboratorium, dan metode penelitian.

Variabel tergantung adalah titik pusat permasalahan yang merupakan pilihan dalam suatu penelitian. Variabel tergantung dari

penelitian ini adalah mutu fisik sediaan, aktivitas daya proteksi *Sun Protecting Factor* (SPF) dari pengaruh konsentrasi minyak jagung yang dibuat.

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

Pertama, minyak jagung yang dihasilkan adalah proses ekstraksi biji jagung jagung melibatkan penggilingan biji jagung dan pemisahan minyak yang diperoleh dari *Pharmapreneur store*, Depok, Jawa Barat.

Kedua, konsentrasi masing-masing minyak jagung (*Corn Oil*) yang diformulasikan kedalam bentuk sediaan krim adalah 5%, 10% dan 15%.

Ketiga, aktivitas nilai SPF sediaan krim tabir surya yang dihasilkan dari kombinasi konsentrasi minyak jagung dengan metode SPSS menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

Keempat, evaluasi mutu fisik sediaan krim tabir surya yaitu uji organoleptic, uji homogenitas, uji Ph, uji daya lekat, uji daya sebar, uji viskositas, uji tipe krim dan uji stabilitas.

### **C. Alat dan Bahan**

Alat yang digunakan adalah pH meter digital, spektrofotometer UV-Vis, alat penguji viskositas, water bath, neraca analitik, plate, cawan penguap, mortir, stamper, beaker glass, gelas ukur, erlenmeyer, labu takar, batang pengaduk, sudip, alat uji daya sebar, daya lekat, viscometer dan program SPSS.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah minyak Jagung yang diperoleh dari *Pharmapreneur store*, Depok, Jawa Barat yang sudah dilakukan proses ekstraksi biji jagung murni, senyawa kimia Oktil Metoksisinamat dan bahan penyusun krim dengan derajat farmasetis meliputi: asam stearat, mineral oil, setil alkohol, nipasol, gliserin, nipagin, TEA, dan aquadest.

### **D. Jalannya Penelitian**

#### **1. Identifikasi Oktil Metoksisinamat**

Identifikasi oktil metoksisinamat merupakan proses untuk mengenali dan memastikan keberadaan senyawa kimia ini.

**1.1 Pengamatan organoleptik.** Pengamatan yang dilakukan yaitu warna, bentuk, dan bau dari oktil metoksisinamat.

**1.2 Pengujian kelarutan etanol.** Pengujian kelarutan etanol adalah salah satu karakteristik fisik yang dapat membantu

mengidentifikasi senyawa ini. Pada umumnya, pengujian kelarutan oktil metoksisinamat dalam etanol dapat dilakukan dengan cara menambahkan etanol dalam sampel oktil metoksisinamat. Campurkan etanol dan oktil metoksisinamat secara homogen. Amati apakah oktil metoksisinamat larut sepenuhnya dalam etanol atau sebagian mengendap.

**1.3 Uji Bobot jenis (Bj).** Pengujian bobot jenis oktil metoksisinamat dilakukan dengan piknometer yaitu dibersihkan dahulu piknometer dengan alkohol dan keringkan. Kemudian timbang piknometer kosong catat massa piknometer kosong ini sebagai ( $m_1$ ). Isi piknometer dengan oktil metoksisinamat hingga penuh dan tidak ada gelembung udara. Catat massa total piknometer dan oktil metoksisinamat sebagai ( $m_2$ ). Kemudian isi piknometer dengan air, pastikan piknometer terisi penuh. Catat massa total piknometer dan air sebagai ( $m_3$ ). Hitung massa oktil metoksisinamat yang diukur ( $m_2 - m_1$ ). Hitung massa air ( $m_3 - m_1$ ). Hitung bobot jenis (densitas) oktil metoksisinamat dengan menggunakan rumus densitas  $(m_2 - m_1) / (m_3 - m_1)$ . Catat hasil densitas yang diperoleh.

## 2. Identifikasi Minyak Jagung (*Corn Oil*)

Tahap pertama penelitian ini adalah menetapkan kebenaran sampel Minyak Jagung (*Corn Oil*) yang berkaitan dengan pemerian, kelarutan dalam etanol, bobot jenis (Bj), dan indeks bias.

**2.1 Pengamatan organoleptik.** Pengamatan yang dilakukan yaitu warna, aroma, dan rasa minyak Jagung (*Corn Oil*).

**2.2 Pengujian kelarutan etanol.** Pengujian dilakukan dengan 1 ml minyak dimasukan dalam gelas ukur 10 ml, lalu tambahkan etanol sebanyak 1-10 ml secara bertahap. Kemudian pengocokan dan pengamatan kejernihan pada setiap penambahan. Catat volume etanol yang diperlukan untuk mendapatkan larutan jernih. Bandingkan hasil volume yang diperoleh untuk menjernihkan sampel dengan kelarutan secara teoritis dari zat/sampel yang diuji (Sihite, 2009).

**2.3 Penetapan bobot jenis (Bj).** Penetapan Bj dengan piknometer yang telah bersih dan kering kemudian dikalibrasi dengan menetapkan bobot piknometer dan bobot air yang baru dididihkan, lalu dinginkan hingga suhu  $25^{\circ}\text{C}$ . Atur suhu zat uji hingga kurang lebih  $20^{\circ}\text{C}$ , masukan cairan ke dalam piknometer. Lalu atur suhu piknometer yang sudah diisi hingga  $25^{\circ}\text{C}$ . Piknometer yang berisi aquades ditimbang dengan neraca analitik dan catat bobotnya lalu kurangkan

bobot piknometer yang telah diisi dengan piknometer kosong. Kemudian menghitung bobot jenis dengan cara bobot zat dibagi sampel+bobot air, dalam piknometer (Depkes RI, 2014).

**2.4 Penetapan indeks bias.** Pada Penetapan indeks bias menggunakan alat refraktometer dan diulang sebanyak tiga kali. Siapkan sampel minyak jagung. Pastikan refraktometer dikalibrasi dengan benar sebelum pengukuran dilakukan untuk memastikan hasil pengukuran yang akurat. Badan prisma dibuka dan dibersihkan dengan kapas yang dibasahi dengan alkohol. meneteskan minyak pada prisma pastikan permukaan prisma bersih dan bebas dari gelembung udara. Pemutar sebelah kanan diatur sehingga batas gelap dan terang tepat pada garis. Kemudian catat skala indeks biasnya. pada pengukuran refraktometer dengan suhu ruang (Stahl, 2008).

### 3. Formula Krim tabir surya

Formula krim tabir surya yang akan dibuat pada penelitian sejumlah 3 macam formula dengan konsentrasi minyak jagung yang berbeda-beda yaitu:

**Tabel 5. Formulasi krim (M/A)**

Komposisi	Formula					
	Fa	Fb	Fc	F1	F2	F3
Oktil metoksisinamat	-	6%	-	6%	6%	6%
Minyak jagung ( <i>Corn Oil</i> )	-	-	10%	5%	10%	15%
Mineral oil	2,2%	2,2%	2,2%	2,2%	2,2%	2,2%
Asam Stearat	5,63%	5,63%	5,63%	5,63%	5,63%	5,63%
Triethanolamin (TEA)	1,13%	1,13%	1,13%	1,13%	1,13%	1,13%
Setil alkohol	4,25%	4,25%	4,25%	4,25%	4,25%	4,25%
Gliserin	1,8%	1,8%	1,8%	1,8%	1,8%	1,8%
Metil paraben	0,2%	0,2%	0,2%	0,2%	0,2%	0,2%
Propil paraben	0,02%	0,02%	0,02%	0,02%	0,02%	0,02%
Aquadest ad	100	100	100	100	100	100

Keterangan:

Fa : basis tanpa oktil metoksisinamat dan minyak jagung

Fb : basis + oktil 6% : tanpa minyak jagung

Fc : basis + minyak 10% : tanpa oktil metoksisinamat

F1 : krim oktil metoksisinamat variasi minyak jagung 5%

F2 : krim oktil metoksisinamat variasi minyak jagung 10%

F3 : krim oktil metoksisinamat variasi minyak jagung 15%

### 4. Pembuatan Krim Tabir surya

Sediaan krim dari semua formula dibuat dengan cara mencairkan fase minyak dan fase air dalam penangas air pada suhu 75 °C. Fase minyak terdiri dari asam stearat, mineral oil, setil alkohol, dan nipasol sedangkan fase airnya adalah gliserin, nipagin, TEA, dan aquadest. fase minyak (a) dimasukan pada cawan porselen kemudian

dipanaskan di atas penangas air sambil diaduk hingga suhu kurang lebih 75 °C. Pada cawan porselen lain dibuat fase air (b) dengan mencampurkan gliserin, nipagin, TEA, dan kemudian ditambah sebagian aquadest yang dipanaskan di atas penangas air hingga suhu kurang lebih 75 °C. Pada campuran (a) dimasukkan pada beaker glass lalu ditambah dengan oktil metoksisinamat, digerus hingga homogen lalu ditambahkan minyak jagung gerus hingga homogen. Setelah campuran (a) tercampur maka, tambahkan campuran (b) yaitu fase cair secara perlahan dengan dilakukan pengadukan hingga homogen dan terbentuk krim.

## **5. Pengujian Sifat Fisik Krim tabir surya**

**5.1 Uji organoleptis.** Pengujian organoleptis meliputi penilaian terhadap sampel dengan mengamati bentuk, warna, dan bau krim yang dihasilkan. Pengujian ini untuk memastikan bahwa krim sesuai dengan ekspektasi dan standar kualitas (Lidya Ameliana *et al.*, 2015).

**5.2 Uji homogenitas.** Homogenitas yang baik menunjukkan bahwa fase terdispersi dalam bahan pendispersi (seperti krim) terdistribusi secara merata dan teratur, tanpa adanya pengumpulan tidak merata (Budiman, 2009). Prosedur dilakukan dengan cara mengoleskan sediaan krim tabir surya di atas gelas objek. Selanjutnya, periksa apakah terdapat atau tidak butiran kasar pada sediaan krim tersebut. Sediaan yang diuji harus menunjukkan susunan yang homogen, dan tidak boleh terlihat adanya butiran kasar. Tujuan dari prosedur ini adalah untuk menilai kualitas dan homogenitas sediaan krim tabir surya, memastikan bahwa tidak ada butiran kasar yang dapat mempengaruhi pengalaman penggunaan dan efektivitas tabir surya tersebut. (Erawati *et al.*, 2015).

**5.3 Uji pH.** Uji pH sediaan krim menggunakan indikator kertas pH yang dicelupkan pada 1 gram sediaan krim yang diencerkan dengan 10 ml aquadest dalam beaker glass. Kemudian amati perubahan warna pada indikator kertas pH. Rentang pH toleransi pada sediaan krim berkisar 4,0- 7,5 (Himawan *et al.*, 2018).

**5.4 Uji viskositas.** Pengujian Viskositas menggunakan jenis viskometer dpaS. Sediaan krim dimasukkan pada alat viskometer dengan no spindel yang sesuai hingga jarum viscometer bergerak.

**5.5 Uji daya lekat.** Persyaratan daya lekat yang baik untuk sediaan topikal adalah lebih dari 1 detik. Ambil 1 gram sediaan krim, oleskan sediaan pada salah satu plat kaca secara merata. Tempelkan

plat kaca kedua pada sediaan krim, sehingga kedua plat kaca nempel. Letakkan beban berat 1 kg di atas kedua plat kaca yang sudah tertempel. Biarkan beban ditempatkan di atas kedua plat kaca selama 5 menit. Setelah 5 menit, lepaskan beban dari atas kedua plat kaca dengan hati-hati. Berikan beban pelepasan seberat 80 gram pada salah satu plat kaca yang telah terlepas dari yang lainnya. Catat waktu yang diperlukan hingga kedua plat kaca saling lepas sepenuhnya (Fajriyah, 2009).

**5.6 Uji daya sebar.** Uji daya sebar dilakukan dengan pengambilan sampel seberat 0,5 gram diletakkan di atas kaca bulat dan ditutup dengan bagian satunya ditunggu selama 1 menit. Diameter sebar sampel diukur, selanjutnya ditambahkan beban 0, 50, 100, 150, 200 dan 250 gram dan didiamkan selama 1 menit, diameter diukur konstan (Warnida, Juliannor, & Sukawaty, 2016). Syarat daya sebar yang baik yaitu 5-7 cm (Astuti, 2008).

**5.7 Uji tipe krim.** Tipe krim diuji dengan metode pewarnaan yang menggunakan metilen blue yang larut dalam fase air dengan mengambil sampel pada cawan menguap kemudian diteteskan metilen blue. Apabila krim berwarna biru merata, maka krim bertipe M/A (Ameliana *et al.*, 2015).

**5.8 Uji stabilitas.** Uji stabilitas dilakukan dengan metode cycle test dimana krim disimpan selama 24 jam pada suhu  $\pm$  4 derajat C kemudian selama 24 jam pada suhu  $\pm$  40 derajat C. Kemudian mengamati perubahan fisik krim yang meliputi homogenitas, pH, dan viskositas(Suryani *et al.*, 2017).

## 6. Pengujian Sun Protecting Factor (SPF) minyak jagung (*Corn Oil*)

Penentuan efektivitas sediaan krim tabir surya dilakukan dengan menguji SPF (*Sun Protecting Factor*) secara *in vitro* dengan metode spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang 290-320 nm dengan etanol 96% sebagai blanko, nilai serapan dicatat setiap interval 5 nm. Pengujian dilakukan terhadap sediaan krim minyak jagung (*Corn Oil*), dengan variasi konsentrasi 5%, 10% dan 15% (formula 1,2, dan 3), dan sediaan tabir surya SPF (kontrol positif).

**6.1 Preparasi basis krim.** Menimbang krim F0 yang terdiri dari basis krim, basis dan Oktil metoksisinamat, basis dan minyak jagung sebanyak 0,1 gram. Masing – masing krim masukkan ke beaker glass yang berbeda, tambahkan etanol 96% sebanyak 5 ml aduk hingga

larut. Larutan kemudian di ultrasonikasi selama 5 menit dan saring dengan kertas saring. Ambil 1 ml filtrate pertama diencerkan dengan etanol 96 % dalam labu takar 10 ml (Lestari, 2019).

**6.2 Preparasi krim minyak jagung (*Corn Oil*).** Menimbang krim formula 1-3 sebanyak 0,1 gram pada masing- masing formula. Masukkan ke beaker glass, tambahkan etanol 96% sebanyak 5 ml aduk hingga larut. Larutan kemudian di ultrasonikasi selama 5 menit dan saring dengan kertas saring. Ambil kurang lebih 1 ml filtrate pertama dimasukkan dalam labu takar 10 ml, ditepatkan volumenya dengan etanol 96 % dalam labu takar 10 ml (Lestari, 2019).

**6.3 Perhitungan Nilai SPF (*Sun Protecting Factor*).** Spektrum serapan didapatkan dari Spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 290- 320 nm pada interval 5 nm. Pengujian nilai SPF dilakukan sebanyak tiga kali replikasi (Dipahayu, 2020). Hasil pengukuran yang didapatkan adalah nilai absorbansi menjadi dasar perhitungan nilai SPF. Nilai serapan yang diperoleh dengan mengalikan EE x I setiap interval. Nilai EE x I masing-masing rentang ditunjukkan pada Tabel 6. Kuantitas EE x I yang dihasilkan dikalikan dengan sebuah faktor perbaikan akhirnya mendapatkan SPF sampel yang diuji. Nilai CF (factor koreksi) diperoleh dengan mengukur absorbansi sediaan tabir surya yang telah diketahui nilai SPF-nya. Nilai SPF (faktor perlindungan matahari) menggunakan rumus di bawah ini;

$$\text{SPF} = \text{CF} \times \sum \text{EE} \left( \frac{320}{290} \right) (\text{abs}) \times \text{EE} \times \text{I}$$

Sumber : (Claudia, 2019)

Keterangan :

CF = Faktor koreksi

EE = Efisiensi Eriterma

I = Spektrum simulasi sinar surya

Abs= Absorbansi dari sampel

Nilai CF (factor koreksi) diperoleh dengan mengukur absorbansi sediaan tabir surya yang telah diketahui nilai SPF-nya.

**Tabel 6. Standar nilai EE x I yang digunakan menghitung nilai SPF**

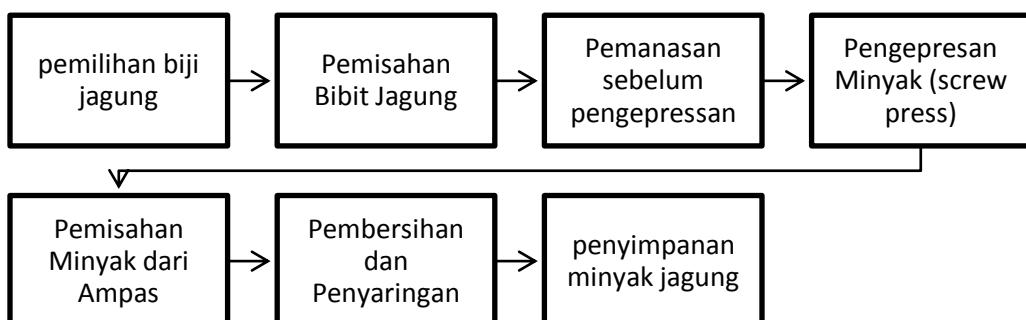
Panjang gelombang ( $\lambda$ nm)	EE x I
290	0,0150
295	0,0817
300	0,2874
305	0,3278
310	0,1864
315	0,0839
320	0,0180
<b>Total</b>	<b>1</b>

Sumber: (Claudia, 2019)

### E. Analisis Data

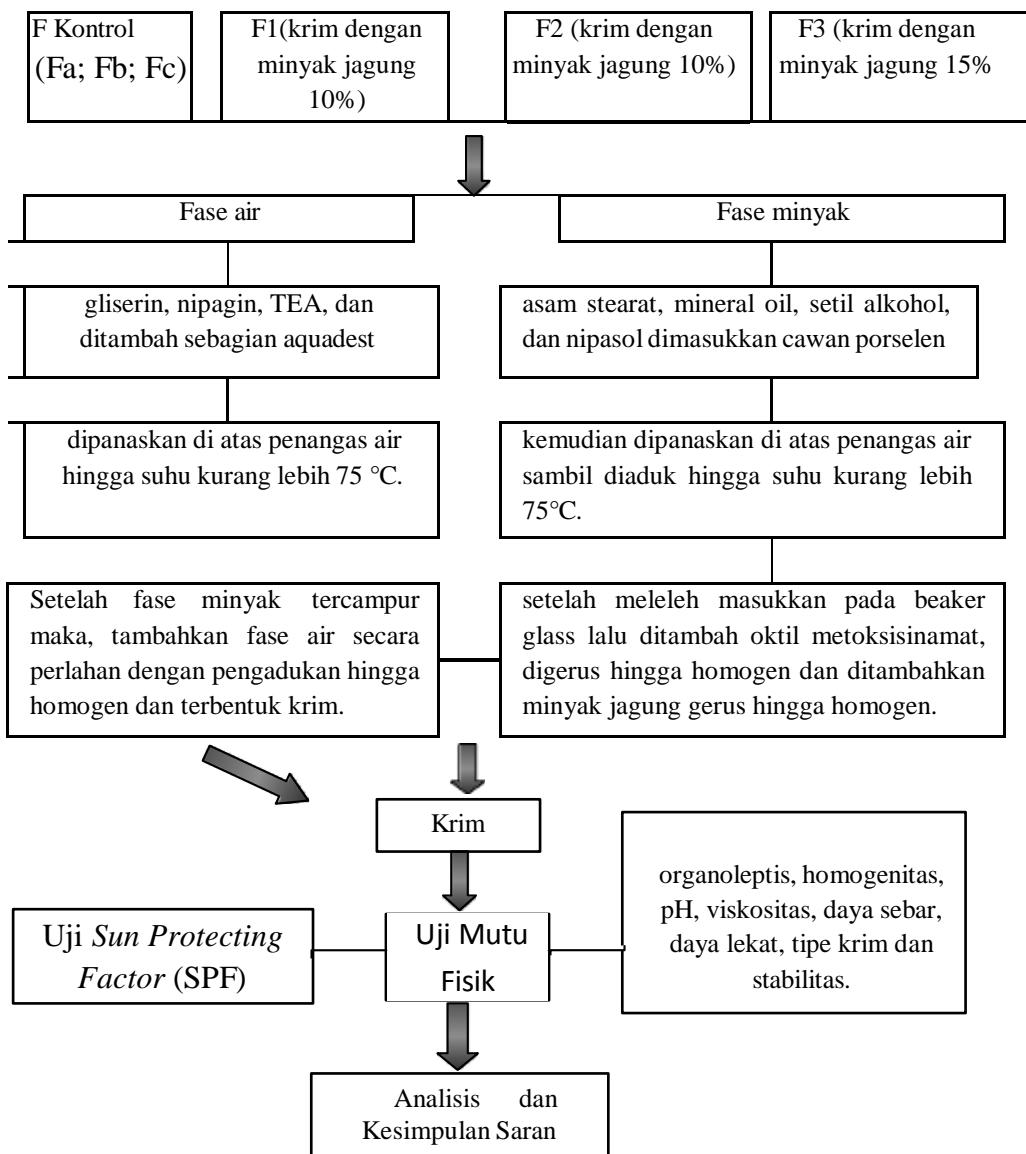
Pengukuran dilakukan dengan perlakuan yang sama sebanyak 6 kali untuk masing-masing formula. Untuk mengetahui adanya perbedaan nilai SPF antara formula dilakukan uji statistik menggunakan metode ANOVA (Analysis of Variance) dengan menggunakan program SPSS (*Statistical Package for the Social Sciences*) dengan analisis *Saphiro Wilk*, apabila data yang diperoleh menunjukkan distribusi normal maka selanjutnya dilakukan analisis dengan *one way anova* atau uji *kruskall walid* jika data tidak terdistribusi normal, untuk melihat apakah terdapat perbedaan formula. Analisis dilanjutkan dengan *paired t test/Wilcoxon* untuk melihat apakah terdapat perbedaan sebelum dan sesudah pengujian stabilitas.

### F. Proses Pembuatan Minyak Jagung Metode Press



Gambar 7. Proses Pembuatan minyak jagung (*Corn oil*) dengan metode Press

### G. Skema penelitian



**Gambar 8. Pembuatan krim tabir surya oktil metoksisinamat yang mengandung minyak jagung (Corn oil)**