

BAB III METODE PENELITIAN

A. Populasi dan Sampel

Populasi adalah keseluruhan subjek penelitian (Sugiyono, 2011). Populasi yang digunakan pada metode ini adalah krim nicotinamida.

Sampel adalah sebagian untuk diambil dari keseluruhan obyek yang diteliti dan dianggap mewakili seluruh populasi (Sugiyono, 2011). Sampel yang digunakan dalam penelitian adalah sejumlah sediaan dari krim nicotinamida yang dibuat dengan variasi emulgator asam stearat dan trietanolamin dengan variasi formulasi : FI konsentrasi asam stearate dan trietanolamin (17% : 1%), FII konsentrasi asam stearate dan trietanolamin (16% : 2%), FIII konsentrasi asam stearate dan trietanolamin (15% : 3%).

B. Variabel Penelitian

1. Identifikasi Variabel Utama

Variabel utama dalam penelitian ini adalah sediaan krim nicotinamida dengan variasi basis asam stearat dan trietanolamin.

2. Klasifikasi Variabel Utama

2.1. Variabel Bebas. Variabel bebas Karya Tulis Ilmiah ini asam stearat dan trietanolamin yang konsistensinya sengaja diubah-ubah untuk meneliti pengaruh terhadap variabel tergantung. Variabel bebas dalam penelitian ini adalah variasi emulgator asam stearate dan trietanolamin.

2.2. Variabel Tergantung. Variabel tergantung merupakan variabel akibat dari variable utama. Variable tergantung pada Karya Tulis Ilmiah ini adalah mutu fisik krim nicotinamida. Meliputi uji organoleptis, uji homogenitas, uji viskositas, uji daya sebar, uji pemeriksaan pH, uji daya rekat dari sediaan krim

2.3. Variabel Terkendali. Variabel terkendali adalah variabel yang mempengaruhi variabel tergantung. Variabel terkendali pada Karya Tulis Ilmiah ini adalah cara kerja krim, proses pembuatan krim, alat yang digunakan.

3. Definisi Operasional Variabel Utama

Krim nicotinamida adalah sediaan semi padat yang berupa emulsi kental, dibuat dengan mencampurkan nicotinamida dengan emulgator krim yang bervariasi.

Krim nicotinamida dengan basis asam stearat dan trietanolamin dilakukan pengujian fisik krim, meliputi uji organoleptis, viskositas, uji daya lekat, uji daya sebar, pemeriksaan pH, uji tipe krim, dan uji stabilitas.

C. Bahan dan Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah mortir dan stamper, timbangan analitik, sendok, kertas perkamen, kaca arloji, cawan penguap, batang pengaduk, *water bath*, *beaker glass*, gelas ukur, sudip, pot salep, ekstensometer (alat uji daya sebar), alat uji daya lekat, viskometer tipe VT-04, pH meter digital tipe ST 350 pH, objek glass.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah nicotinamida, asam stearat, setil alkohol, propilparaben, trietanolamin, metilparaben, gliserin, *aquadest*.

D. Jalannya Penelitian

1. Jenis Penelitian yang Dilakukan

Jenis penelitian yang digunakan yaitu jenis penelitian eksperimental, karena ada kesengajaan peneliti untuk mengetahui pengaruh perbandingan konsentrasi emulgator asam stearat dan trietanolamin (TEA) terhadap mutu fisik sediaan krim yang mengandung nicotinamida.

2. Tempat dan Pengambilan Bahan Penelitian

Penelitian ini akan dilakukan di laboratorium 13 Universitas Setia Budi Surakarta. Pengambilan bahan aktif diperoleh dari laboratorium 1 dan bahan basis krim dari 13 Universitas Setia Budi Surakarta.

3. Formulasi Sediaan Krim Nicotinamida

Formula sediaan krim menurut *Formularium Medicamentorum Selectum* (FMS) cetakan ketiga halaman 100 oleh Ikatan Sarjana Farmasi Indonesia (I.S.F.I) sebagai berikut :

Acid stearin	142
Glycerin	100

Natr. Biborat	2,5
Trietanolamin	10
Aquadest	750
Nipagin	q.s.

Nicotinamida akan dibuat formulasi dengan perubahan beberapa bahan dan variasi konsentrasi emulgator sebagai berikut :

Tabel 2. Rancangan Formulasi Krim Nicotinamide

Bahan	Formula krim % b/v		
	F1	F2	F3
Nicotinamide	1	1	1
Asam Stearate	17	16	15
Setil Alkohol	3	3	3
Propilparaben	0,01	0,01	0,01
Trietanolamin	1	2	3
Metilparaben	0,02	0,02	0,02
Gliserin	25	25	25
Aquadest	52,97	52,97	52,97

Ket : FI konsentrasi asam stearate dan trietanolamin (17% : 1%), FII konsentrasi asam stearate dan trietanolamin (16% : 2%), FIII konsentrasi asam stearate dan trietanolamin (15% : 3%)

4. Pembuatan Sediaan Krim Nicotinamida

Fase minyak (asam stearat, setil alkohol, dan propilparaben) dimasukkan kedalam cawan penguap lalu dipanaskan diatas *water bath* pada suhu 70⁰C hingga mencair, sementara itu fase air (trietanolamin, metilparaben, gliserin, dan *aquadest*) dimasukkan kedalam cawan penguap lalu dipanaskan juga diatas *water bath* pada suhu 70⁰C hingga meleleh. Mortir dan stamper dipanaskan dengan cara memasukkan air panas kedalam mortir dan stamper direndam kedalam air panas tersebut. Buang air panas yang ada didalam mortir lalu keringkan mortir dengan kain lap. Fase air dimasukkan kedalam mortir dalam keadaan mortir masih panas, lalu tambahkan fase minyak sedikit demi sedikit sambil diaduk hingga membentuk masa krim. Zat aktif nicotinamida dimasukkan kedalam sediaan. Sediaan krim yang telah jadi dimasukkan kedalam pot salep menggunakan sudip.

5. Uji Mutu Fisik Sediaan Krim Nicotinamida

5.1. Uji Organoleptis. Uji organoleptis dilakukan dengan menguji karakter fisik sediaan krim yang dilakukan dengan bantuan panca indera, meliputi : warna dideskripsikan warna sediaan, bau yang

dideskripsikan aroma sediaan, dan konsentrasi sediaan yang dideskripsikan tekstur sediaan.

5.2. 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.

5.3. Uji Tipe Krim. Metode Pengenceran: krim yang telah dibuat dimasukkan dalam vial, kemudian diencerkan dengan air, jika emulsi dapat diencerkan maka tipe emulsinya adalah minyak dalam air (M/A). Metode Dispersi Zat Warna: krim yang telah dibuat dimasukkan ke dalam vial, kemudian masing-masing ditetesi beberapa tetes larutan metilen biru di atasnya. Warna biru yang terdispersi ke seluruh emulsi, menunjukkan tipe emulsi minyak dalam air (M/A), sedangkan jika warna biru tidak terdispersi ke seluruh emulsi maka tipe emulsinya air dalam minyak (A/M)

5.4. Uji pH. Kalibrasi pH meter digital dengan cara menyalakan alat dengan menekan tombol on pada alat. Stik dimasukkan ke dalam sediaan krim, setelah itu diukur pHnya dengan pH meter digital, tunggu hingga lampu indikator berhenti berkedip. Baca angka yang tertera pada alat.

5.5. Uji Daya Lekat. Sediaan krim sebanyak 0,5 g diletakkan di atas *object glass* yang telah ditentukan luasnya (oleskan pada bagian yang halus) pada alat uji. 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.

5.6. Uji Viskositas. Pengujian viskositas dilakukan dengan memasukkan sediaan krim yang telah dibuat ke dalam viskometer kemudian dibaca viskositasnya sesuai dengan rotor yang digunakan.

5.7. Uji Daya Sebar. Kaca transparan diletakkan diatas 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. Menambahkan beban diatas kaca transparan tersebut beban 0, 50, dan 100 gram lalu diamati diameter penyebaran yang terbentuk.

5.8. Uji Stabilitas. Uji stabilitas dilakukan dengan metode *cycling test*. Krim disimpan pada suhu $\pm 4^{\circ}\text{C}$ selama 24 jam dan kemudian suhu $\pm 40^{\circ}\text{C}$ selama 24 jam. Pengujian dilakukan selama 6 siklus, dimana tiap siklus diamati perubahan fisik krim meliputi pH, viskositas, dan tipe krim.

E. Analisis Hasil

Krim nicotinamide dengan variasi konsentrasi emulgel dilakukan pengujian mutu fisik sediaan yang meliputi uji organoleptis, uji homogenitas, uji tipe krim, uji pH, uji daya lekat, uji viskositas, uji daya sebar, dan uji stabilitas. Hasil data yang diperoleh dalam pengamatan dilakukan uji homogenitas, pengujian normalitas data untuk menguji apakah data berdistribusi normal sehingga analisis dengan uji normalitas setelah data terdistribusi normal dilanjutkan dengan *Test of Homogeneity of Variances* untuk mengetahui data itu homogen atau tidak. Kemudian dilanjutkan dengan uji (ANOVA) mengetahui apakah data tersebut ada perbedaan yang signifikan. Jika data tersebut memiliki perbedaan yang bermakna kemudian dilakukan uji Duncan.