

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Populasi Dan Sampel Penelitian

1. Populasi

Menurut Sugiyono (2016 : 135) populasi merupakan wilayah umum yang terdiri atas objek/subjek yang mempunyai kuantitas, karakteristik, dan sifat tertentu yang ditetapkan oleh peneliti untuk dipelajari kemudian ditarik kesimpulannya. Populasi dalam penelitian ini adalah suspensi ibuprofen merk generik dan merk paten yang beredar di pasaran.

2. Sampel

Sampel adalah bagian dari jumlah dan karakteristik yang dimiliki oleh populasi (Sugiyono, 2016). Sampel uji dalam penelitian ini yaitu menggunakan suspensi ibuprofen merk generik dan merk paten. Teknik pengambilan sampel ini menggunakan teknik *simple random sampling* atau sampel acak sederhana (Supardi dan Surahman, 2014). Sampel diperoleh sebanyak 12 sampel sediaan terdiri dari suspensi merk generik sebanyak 3 botol dan suspensi merk dagang sebanyak 9 botol dengan 3 merk dagang yang dibuat berbeda. Masing - masing sampel disimpan selama 1 bulan dengan kelompok perlakuan suhu yang berbeda, yaitu :

- a. Kelompok A : sebanyak 60 mL sampel 1, 2, 3, dan 4 disimpan pada lemari pendingin dengan suhu $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ dan diamati suhunya menggunakan thermometer kulkas.
- b. Kelompok B : sebanyak 60 mL sampel 1, 2, 3, dan 4 disimpan pada suhu kamar dengan suhu $27^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ dan diamati suhunya menggunakan thermometer air raksa.
- c. Kelompok C : sebanyak 60 mL sampel 1, 2, 3, dan 4 disimpan pada suhu $50^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ dan diamati suhunya menggunakan thermometer oven.

B. Variabel Penelitian

1. Identifikasi Variabel Utama

Variabel penelitian adalah suatu komponen atau sifat atau nilai dari orang, objek atau kegiatan yang mempunyai variasi tertentu yang diterapkan oleh peneliti untuk dipelajari dan kemudian ditarik kesimpulannya (Sugiyono, 2017). Variabel utama yaitu variabel bebas dan variabel terikat.

2. Klasifikasi Variabel Utama

Jenis variabel penelitian adalah :

a. Variabel Bebas

Variabel bebas (*independent*) adalah variabel yang mempengaruhi atau menjadi sebab perubahannya atau timbulnya variabel terikat (*dependent*) (Sugiyono, 2017). Variabel bebas dalam penelitian ini adalah suhu. Suhu ini dibuat bervariasi yaitu suhu yang disimpan dalam lemari pendingin dengan suhu $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$, suhu kamar $27^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$, dan suhu $50^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$

b. Variabel Terikat

Variabel terikat (*dependent*) adalah variabel yang dipengaruhi atau menjadi akibat karena adanya variabel bebas (Sugiyono, 2017). Variabel terikat dalam penelitian ini adalah konsentrasi suspensi ibuprofen.

c. Variabel Kontrol

Variabel kontrol adalah variabel yang dikendalikan atau dibuat konstan sehingga variabel bebas terhadap variabel terikat tidak dipengaruhi oleh faktor luar yang tidak diteliti (Sugiyono, 2017). Variabel kontrolnya adalah sifat kelarutan, kelembaban udara, dan cahaya.

3. Definisi Operasional Variabel Utama

Definisi operasional variabel menurut Sugiyono (2015 : 38) adalah suatu sifat atau nilai dari objek atau kegiatan yang memiliki variasi tertentu yang telah ditetapkan oleh peneliti untuk dipelajari dan kemudian ditarik kesimpulannya.

Pertama, suhu adalah ukuran kuantitatif dari temperatur, panas atau dingin, dan diukur dengan menggunakan thermometer dengan pembagian kelompok perlakuan yaitu disimpan pada di atas suhu kamar, suhu kamar, suhu sejuk dan suhu dalam lemari pendingin yang disimpan selama 1 bulan.

Kedua, konsentrasi adalah suatu ukuran yang menyatakan bahwa suatu zat terlarut dalam larut.

Ketiga, suspensi adalah sediaan obat berbahan cair yang mengandung partikel padat tidak larut yang terdispersi dalam fase cair.

Keempat, obat ibuprofen adalah obat yang termasuk dalam golongan antiinflamasi, analgetik, dan antipiretik yang dapat meredakan nyeri, mengurangi peradangan, dan menurunkan demam.

Kelima, spektrofotometri uv-vis adalah alat yang digunakan untuk pengukuran panjang gelombang dan intensitas sinar ultraviolet serta cahaya tampak yang diabsorbsi oleh sampel di daerah ultra violet dan di daerah sinar tampak.

C. Alat dan Bahan

1. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah timbangan analitik, kertas perkamen, spatula, beaker glass, erlemeyer, pipet volume, labu takar, pipet tetes dan spektrofotometer uv – vis, *ultrasonic cleaner*, kertas saring, viscometer Brookfield, dan piknometer.

2. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah larutan Metanol, Aquadest, alkohol 70%, 3 botol sampel suspensi ibuprofen 100 mg/5mL (generik) dan 9 botol sampel suspensi ibuprofen 100 mg/5mL (paten) dan ibuprofen baku.

D. Jalannya Penelitian

1. Tempat Penelitian

Tempat penelitian yaitu di Laboratorium Kimia Farmasi dan Laboratorium Instrumen Fakultas Farmasi Universitas Setia Budi Surakarta pada bulan April - Juni 2022.

2. Pembuatan Larutan Induk

Buat larutan baku ibuprofen murni dengan konsentrasi 1000 ppm, dengan cara ditimbang seksama 10 mg ibuprofen murni menggunakan timbangan analitik, masukkan ke dalam labu ukur 10 mL lalu dilarutkan sebagian methanol dan ditambah metanol sampai tanda batas, kocok homogen (Rivai *et al.*, 2020).

3. Penentuan Panjang Gelombang Serapan Maksimum Ibuprofen

Dari larutan baku ibuprofen 1000 ppm dengan pelarut metanol, dilakukan pengenceran hingga mendapatkan konsentrasi 100 ppm dengan cara pipet sebanyak 1 mL masukkan kedalam labu ukur 10 mL, kemudian tambahkan dengan pelarut methanol sampai tanda batas dan homogenkan. Kemudian dipipet lagi 1 mL masukkan kedalam labu ukur 10 mL tambahkan dengan pelarut methanol sampai tanda batas, kocok homogen, sehingga didapat konsentrasi 10 ppm, serapan diukur pada rentang panjang gelombang 200 – 400 nm dengan spektrofotometer UV-Vis sehingga diperoleh panjang gelombang maksimum ibuprofen (Rivai *et al.*, 2020).

4. Penentuan *Operating Time*

Operating time ditentukan dengan mengukur absorbansi pada panjang gelombang maksimum dari data yang telah dihasilkan pada penentuan panjang gelombang maksimum sesuai dengan konsentrasi yang digunakan. Lalu dilihat waktu operasional yang dibutuhkan senyawa untuk bereaksi dengan senyawa lain, dilihat hingga mendapatkan nilai absorbansi yang stabil. Langkahnya yaitu pipet 1 mL masukkan ke dalam labu ukur 10 mL dari larutan baku ibuprofen hasil pengenceran yang konsentrasi 100 ppm sehingga didapat konsentrasi 10 ppm, dilihat panjang gelombang dan waktu operasional yang didapat (Rivai *et al.*, 2020).

5. Pembuatan Kurva Kalibrasi

Dari larutan baku ibuprofen 1000 ppm yang diencerkan menjadi 100 ppm, dipipet dengan pipet volume sebanyak 0,6 mL, 0,8 mL, 1 mL, 1,2 mL dan 1,4 mL masukkan masing-masing kedalam labu ukur 10 mL, cukupkan sampai tanda batas lalu homogenkan hingga diperoleh konsentrasi 6 ppm, 8 ppm, 10 ppm, 12 ppm, dan 14 ppm. Kemudian diukur absorbansinya (Rivai *et al.*, 2020).

6. Penetapan Kadar Suspensi Ibuprofen

Ambil setara 50 mg ibuprofen dalam suspensi dengan cermat. Larutkan dengan metanol dalam labu ukur 100 mL, kemudian larutan disisonikasi dengan menggunakan *ultrasonic bath*, lalu dicukupkan dengan metanol sampai tanda batas, dan saring larutan menggunakan kertas saring, maka diperoleh konsentrasi

500 ppm. Lakukan pengeceran pada larutan hingga di dapat konsentrasi 100 ppm dengan cara pipet sebanyak 20 mL masukkan kedalam labu ukur 100 mL, kemudian encerkan dengan metanol sampai tanda batas, homogenkan. Kemudian larutan baku ibuprofen 100 ppm dipipet dengan pipet volume 1 mL masukkan kedalam labu ukur 10 mL kemudian dicukupkan dengan pelarut metanol sampai tanda batas, kocok homogen sehingga didapat konsentrasi setara 10 ppm. Ukur absorbansinya dengan spektrofotometer uv - vis pada panjang gelombang maksimum ibuprofen. Tentukan kadar ibuprofen berdasarkan persamaan regresi linier ibuprofen :

$$y = a + bx$$

Keterangan :

y = variabel dependen

a = konstanta (titik potong y)

b = koefisien dari variabel x

x = variabel independen

Sehingga rumus untuk mencari kadarnya :

$$\text{Persen (\%)} \text{ kadar} = \frac{C \text{ regresi} \left(\frac{\text{mg}}{\text{mL}} \right) \times FP \times V}{\text{Berat sampel}} \times 100\%$$

Ket :

C regresi = Konsentrasi yang didapat dari regresi linier (mg/mL)

FP = Jumlah volume labu takar/jumlah volume sampel

V = Volume (mL)

Berat sampel = berat sampel/zat aktif yang ditimbang (mg)

7. Pengujian Bobot Jenis

Pengujian bobot jenis dilakukan dengan menggunakan piknometer. Pertama, piknometer dibersihkan dan ditimbang untuk diketahui bobot kosongnya. Piknometer kemudian diisi dengan aquades sampai meluap dan tutup piknometer, jangan biarkan ada gelembung udara di dalamnya. Kemudian dikeringkan dan ditimbang bobot piknometer dan aquades. Selanjutnya, untuk mengetahui bobot jenis sampel, dilakukan hal yang sama seperti aquades (Ketaren, 2008).

8. Pengujian Viskositas

Pengujian viskositas dilakukan dengan menggunakan Viskometer Brookfield tipe RV dengan spindel nomor 3. Cara menggunakan viskometer brookfield yang pertama menyalakan alatnya, lalu pasang spindel pada gantungan spindel. Sampel dimasukkan ke dalam beaker glass berukuran 50 mL. Spindel diturunkan sedemikian rupa sehingga batas tercelup ke dalam cairan sampel yang akan diukur viskositasnya. Kemudian alat dijalankan, rotor akan berputar selama 2 menit hingga skala viskositas terbaca stabil. Dan setelah rotor berhenti berputar catat hasil viskositas tersebut sesuai dengan hasil viskositas yang terbaca pada alat (Sukmawati *et al.*, 2013).

E. Analisis Hasil

Hasil penelitian dianalisis dari hasil perhitungan kadar setiap suspensi ibuprofen dengan masing-masing suhu yang berbeda. Data yang diperoleh dianalisa dengan menggunakan aplikasi SPSS yang merupakan teknik analisis untuk membandingkan satu variabel bebas. Teknik ini digunakan untuk menguji apakah nilai tertentu berbeda secara signifikan atau tidak dengan rata-rata sebuah sampel. Jadi sampel suspensi ibuprofen merk generik dan dagang yang disimpan dengan suhu berbeda itu dilihat perbandingan kadarnya apakah berbeda secara signifikan atau tidak.

d. Paired T-test

T-Test

Paired Samples Statistics

	Mean	N	Std. Deviation	Std. Error Mean
Pair 1	VISKOSITAS_SEBELUM	377.5000	12	12.00379
	VISKOSITAS_SESUDAH	396.6917	12	108.49849
				31.32082

Paired Samples Correlations

	N	Correlation	Sig.
Pair 1	VISKOSITAS_SEBELUM & VISKOSITAS_SESUDAH	12	-.147 .650

Paired Samples Test

	Paired Differences			95% Confidence Interval of the Difference			t	df	Sig. (2-tailed)
	Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean	Lower	Upper				
Pair 1	VISKOSITAS_SEBELUM - VISKOSITAS_SESUDAH	-19.19167	110.69506	32.01265	-89.65102	51.26769	-.600	11	.561

Hasil uji menyatakan bahwa data terdistribusi normal dengan nilai $Sig > 0,05$, namun pada homogenitas terdapat beberapa data yang tidak terdistribusi homogen, hasil uji dilanjutkan menggunakan anova yang menyatakan bahwa sediaan sebelum uji dan sesudah perlakuan memiliki perbedaan bermakna satu sama lain $< 0,05$, uji dilanjutkan menggunakan post hoc turkey yang menyatakan bahwa antar sediaan baik sebelum dan sesudah pengujian ada perbedaan bermakna $Sig. < 0,05$. Pada sebelum pengujian perlakuan pada suhu ruangan memiliki poin terbesar, disusul dengan suhu dingin, dan panas. Pada setelah perlakuan suhu dingin memiliki poin tertinggi disusul suhu ruang, dan panas. Uji paired T-test untuk mengetahui perbedaan antara sebelum dan sesudah perlakuan menunjukkan bahwa $Sig. > 0,05$ yang berarti tidak ada perbedaan yang bermakna, sehingga perlakuan tidak memberikan perbedaan pada sebelum dan sesudah perlakuan.