

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

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

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

Populasi adalah bagian yang memuat semua objek yang menjadi sasaran penelitian. Populasi dalam penelitian ini adalah sediaan emulgel minyak atsiri daun kemangi (*Ocimum basilicum L.*) dengan variasi HPMC sebagai basis.

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

Sampel adalah sebagian kecil dari populasi yang digunakan dalam analisis. Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah emulgel minyak atsiri daun kemangi (*Ocimum basilicum L.*) yang dibuat dengan variasi basis HPMC dengan konsentrasi 1%, 3% dan 5%.

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

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

Variabel utama dalam penelitian ini adalah emulgel minyak atsiri daun kemangi (*Ocimum basilicum L.*) dengan variasi konsentrasi HPMC.

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

- a) Variabel bebas : variasi konsentrasi hpmc
- b) Variabel terkendali : formula dan metode pembuatan emulgel

- ↓
- a) Variabel tergantung : mutu fisik dan stabilitas sediaan emulgel

## 2.1. Penjelasan Variabel Utama

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah variabel yang direncanakan untuk diteliti pengaruhnya terhadap variabel tergantung. Variabel bebas dalam penelitian ini adalah HPMC yang konsentrasinya sengaja diubah-ubah untuk meneliti pengaruh terhadap variabel tergantung.

Variabel terkendali merupakan variabel yang mempunyai variabel tergantung sehingga perlu ditetapkan kualifikasinya supaya hasil yang didapat tidak tersebar dan diulang oleh peneliti lain secara tepat. Variabel terkendali dalam penelitian ini adalah formula dan proses pembuatan emulgel.

Variabel tergantung adalah titik pusat permasalahan. Variabel tergantung dari penelitian ini adalah mutu fisik sediaan emulgel yang sudah dibuat dan disimpan selama 6 siklus.

## 3. Definisi Operasional Variabel Utama

Minyak atsiri daun kemangi adalah senyawa metabolit sekunder yang mudah menguap (*volatile*) dan berbau seperti tanaman asalnya yaitu daun kemangi. Minyak atsiri daun kemangi (*Ocimum basilicum* L.) diperoleh melalui penyulingan dengan metode uap langsung. Proses produksi minyak atsiri dilakukan dengan cara memisahkan daun dari batangnya dan dilanjutkan dengan proses penyulingan menggunakan alat suling uap langsung. Hasil yang diperoleh dipisahkan melalui corong pemisah (Putri *et al*, 2021).

Emulgel minyak atsiri daun kemangi adalah sediaan semi padat yang dibuat dengan cara mencampurkan minyak atsiri daun kemangi dengan bahan lain dan variasi kosentrasi basis HPMC. Minyak atsiri yang diperoleh dibuat sediaan emulgel dengan variasi kosentrasi HPMC. Penelitian ini menggunakan variasi kosentrasi HPMC, F1 (1%), F2 (3%), dan F3 (5%). Emulgel memiliki sifat fisik diantaranya adalah homogen, konsistensinya kental berbentuk emulgel, sesuai dengan pH kulit manusia sehingga tidak mengiritasi dan alergi pada kulit.

HPMC merupakan *gelling agent* yang sering digunakan dalam produksi kosmetik dan obat, karena dapat menghasilkan gel yang bening, mudah larut dalam air, dan mempunyai ketoksikan yang rendah. Menurut (Tambunan & Sulaiman, 2018) HPMC (*Hidroxy Propyl Methyl Cellulose*) menghasilkan gel yang netral, jernih, stabil pada pH 3 sampai 11, dan stabil dalam penyimpanan jangka lama serta memiliki resistensi yang baik terhadap serangan mikroba. HPMC digunakan sebagai *gelling agent* pada konsentrasi 1-5% (Mawarni, 2021).

Uji mutu fisik sediaan emulgel adalah uji untuk mengetahui kesesuaian sediaan emulgel dengan parameter uji persyaratan yang tertera. Uji mutu fisik meliputi uji organoleptis, uji homogenitas, uji pH, uji viskositas, uji daya sebar, uji daya lekat dan uji stabilitas.

### **C. Alat Bahan**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca digital, mortir, stamfer, *water bath*, *beaker glass*, batang pengaduk, *object glass*, *stopwatch*, cawan porselin, pipet tetes, piknometer 10mL sendok tanduk, kertas pH, viscometer VT 04, wadah emulgel, alat uji daya lekat, alat uji daya sebar, *Refractometer Abbe*.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah minyak atsiri yang diperoleh dari *Happy Green*, HPMC, paraffin cair, span 80, tween 80, propilen glikol, metil paraben, propil paraben, akuades, *methylen blue*, KOH, dan paraffin padat.

### **D. Jalannya Penelitian**

#### **1. Identifikasi Minyak Atsiri Daun Kemangi**

##### **1.1. Pengamatan organoleptis.**

Pemeriksaan organoleptis minyak atsiri terdiri dari warna, bau dan rasa. Pemeriksaan warna dilakukan secara visual dengan minyak atsiri dilihat secara langsung. Pemeriksaan bau dilakukan dengan bau minyak atsiri yang menguap di atas kertas saring lalu dicium. Pemeriksaan rasa dilakukan dengan diteteskan minyak atsiri pada ujung lidah kemudian dibuang (Lely *et al.*, 2017).

### **1.2. Pengujian kelarutan dalam etanol.**

Satu bagian volume minyak atsiri daun kemangi dengan empat bagian volume etanol 96% dikocok, terjadi larutan jernih. Selama 24 jam dibiarkan pada suhu antara 20<sup>o</sup>C–30<sup>o</sup>C, tidak ada butir-butir pada permukaan larutan (Lely *et al.*, 2017).

### **1.3. Penetapan bobot jenis.**

Alat yang digunakan untuk penetapan bobot jenis berupa piknometer. Piknometer volume 10 mL ditimbang pada neraca analitik. Piknometer diisi air ditutup lalu ditimbang, bersihkan lalu lakukan hal yang sama pada minyak atsiri daun kemangi. Nilai massa didapatkan dengan dikurangkan berat masing-masing piknometer lalu dibagi. (Lely *et al.*, 2017).

### **1.4. Penetapan indeks bias.**

Alat yang digunakan untuk mengidentifikasi indeks bias adalah *Refractometer Abbe*. Prisma sekunder dibuka dan lap perlahan prisma utama dengan tisu yang dibasahi akudes, kemudian dilap dengan tisu kering. Minyak atsiri diteteskan 2-3 tetes pada prisma utama, kemudian prisma sekunder ditutup. Garis batas gelap terang ditengah garis diagonal pada lensa mata dilihat, kemudian dibaca hasilnya pada skala.

## **2. Rancangan Formula**

Penelitian pembuatan emulgel dengan bahan aktif minyak atsiri daun kemangi dan variasi basis HPMC dibuat dalam tiga formula. Berikut untuk rancangan formulanya. Terlihat pada Tabel 1.

**Tabel 1. Formula emulgel Minyak atsiri daun kemangi (*Ocimum basilicum L.*).**

<b>Nama zat</b>	<b>Kegunaan</b>	<b>F1 (g)</b>	<b>F2 (g)</b>	<b>F3 (g)</b>
Minyak atsiri daun kemangi	Zat aktif	6	6	6
HPMC	<i>Gelling agent</i>	1	3	5
Paraffin cair	Emolien	5	5	5
Span 80	Pengemulsi	1,01	1,01	1,01
Tween 80	Pengemulsi	1,08	1,08	1,08
Propil paraben	Pengawet	0,2	0,2	0,2
Metil paraben	Pengawet	0,18	0,18	0,18
Propilen glikol	Humektan	10	10	10
Akuades	Pelarut	Ad 100	Ad 100	Ad 100

Keterangan :

F1 : emulgel minyak atsiri daun kemangi dengan penambahan HPMC 1%

F2 : emulgel minyak atsiri daun kemangi dengan penambahan HPMC 3%

F3 : emulgel minyak atsiri daun kemangi dengan penambahan HPMC 5%

### **3. Pembuatan Emulgel Minyak Atsiri Daun Kemangi (*Ocimum basilicum L.*)**

Langkah pertama adalah menyiapkan alat dan bahan kemudian timbang semua bahan sesuai dengan formula. Pembuatan gel dilakukan dengan cara menuangkan air panas sedikit demi sedikit ke dalam mortir yang sudah berisi HPMC. Pembuatan emulsi dilakukan dengan cara fase minyak dibuat dengan meleburkan nipasol, paraffin cair dan span 80 didalam cawan porcelin dilebur di atas *waterbath*. Fase air dibuat dengan cara mencampurkan nipagin, propilen glikol, tween 80 dan sisa akudes didalam mortir. Fase minyak dituang ke dalam fase air diaduk hingga membentuk sediaan emulsi yang baik, setelah sediaan emulsi dingin ditambahkan minyak atsiri daun kemangi diaduk hingga homogen. Pembuatan emulgel dilakukan dengan cara masa emulsi yang sudah terbentuk kemudian ditambahkan ke dalam basis gel dan dihomogenkan hingga terbentuk masa emulgel.

#### **4. Pengujian Mutu Fisik Emulgel Minyak Atsiri Daun Kemangi (*Ocimum basilicum L.*)**

##### **4.1 Uji organoleptis.**

Uji organoleptis dilakukan dengan panca indera manusia meliputi bentuk atau konsistensi, warna dan bau sediaan pada suhu kamar.

##### **4.2 Uji homogenitas.**

Uji homogenitas dilakukan dengan cara sediaan dioleskan pada *object glass* lalu diamati homogenitasnya. Sediaan harus menunjukkan tidak terlihatnya butiran kasar (homogen) dan dilakukan pencatatan data.

##### **4.3 Pengukuran pH.**

Pengujian pH dilakukan menggunakan kertas pH pada suhu ruang. Penggunaan kertas pH dengan cara dicelupkan beberapa saat ke dalam emulgel lalu cocokkan dengan warna kertas pH. Nilai pH yang dianjurkan pada suatu sediaan topikal yaitu 5,0-6,8

##### **4.4 Pengukuran viskositas.**

Uji viskositas dilakukan menggunakan alat *viscometer*. Emulgel dituang ke dalam wadah dengan volume 100 mL, lalu *spindle* yang sesuai dipasang kemudian *spindle* diturunkan ke dalam sediaan hingga tanda batas. Penunjuk skala menunjukkan angka yang tetap, pengukuran dianggap selesai (Dewi *et al.*, 2018). Viskositas sediaan topikal yang dapat diterima adalah 50-1000 dPa.s dan optimalnya sebesar 200 dPa.s (Jonathan *et al.*, 2021).

##### **4.5 Uji daya sebar.**

Sediaan gel ditimbang sebanyak 0,5 gram, setelah itu diletakkan gel tepat di bawah kaca bulat yang di bawahnya disertai dengan skala diameter, kemudian ditutup kaca lain dibiarkan selama satu menit, setelah itu diukur diameter sebarunya. Pengujian dilakukan dengan tiga kali replikasi pada masing-masing formula.

Syarat daya sebar untuk sediaan topikal adalah 5-7cm (Pratimasari *et al.*, 2015)

#### **4.6 Uji daya lekat.**

Sediaan secukupnya di atas *object glass* yang lain di atas sediaan emulgel kemudian tekan dengan beban 1 kg selama 5 menit kemudian lepaskan beban dan catat waktu hingga kedua objek terlepas. Pengujian dilakukan dengan tiga kali replikasi pada masing-masing formula. Menurut Tanjung (2016), syarat untuk hasil daya lekat pada sediaan emulgel adalah kurang dari 4 detik.

#### **4.7 Menentukan tipe emulsi.**

Penentuan tipe emulsi dapat dilakukan dengan beberapa cara meliputi metode pewarnaan dan pengukuran daya hantar.

##### **4.7.1. Metode pewarnaan.**

Pengujian tipe emulsi menggunakan metode pewarnaan larut air (M/A) dilakukan dengan cara mencampurkan emulgel dengan *methylene blue*. Langkah selanjutnya mengaduk hingga homogen dan pengamatan dilakukan secara visual. Jika hasil pengamatan memberikan warna biru didalam cawan maka tipe emulsi M/A karena larutan *methylene blue* bersifat larut dalam air (Rakhmawati *et al.*, 2019).

##### **4.7.2. Metode daya hantar listrik.**

Pengujian daya hantar dilakukan dengan cara emulgel dimasukkan dalam *beaker glass* kemudian dihubungkan dengan elektroda (rangkaian arus listrik) apabila lampu menyala maka tipe emulgel adalah minyak dalam air.

#### **4.8 Uji stabilitas.**

Pengujian stabilitas sediaan menggunakan metode pengujian *cycling test* dilakukan sejumlah 6 siklus. Pengujian *cycling test* 1 siklus dilakukan dengan menyimpan sediaan gel dalam suhu dingin

yaitu  $\pm 4^{\circ}\text{C}$  selama 24 jam, kemudian dikeluarkan dan diletakkan dalam oven suhu  $\pm 40^{\circ}\text{C}$  (Zam Zam & Musdalifah, 2022).

## **E. Analisis Hasil**

Hasil dari pengujian dianalisis menggunakan dua cara yaitu :

### **1. Pendekatan Teoritis**

Data hasil pengujian dibandingkan dengan persyaratan yang tertera dalam pustaka.

### **2. Pendekatan Statistik**

Data yang diperoleh dilakukan uji normalitas untuk mengetahui normal tidaknya data. Uji normalitas akan menggunakan *Kolmogorov Smirnov* dengan menggunakan pendekatan metode *EXACT*. Metode pendekatan *asymptotic* yang biasa digunakan secara *default* untuk uji normalitas, terdapat dua pendekatan lainnya yakni *Monte Carlo* dan *EXACT*. Kelemahan dari metode *asymptotic* adalah “akan memberikan hasil yang gagal jika data kecil, tidak seimbang, tidak terdistribusi dengan baik sedangkan metode *EXACT* dapat nilai yang akurat untuk data yang tidak berdistribusi dengan baik, ukuran data kecil, jarang, serta tidak seimbang” (Cyrus & Patel, 1996). Selanjutnya dilakukan uji homogenitas dengan pendekatan *Levene* untuk mengetahui bahwa dua kelompok data terdistribusi secara homogen.

Analisis parametris dilakukan menggunakan *analysis of variance (ANOVA) one-way* dan *Paired sample T-test* dengan menggunakan taraf kepercayaan 95%. Tujuan dilakukannya metode ANOVA yaitu untuk mengetahui adanya pengaruh variasi konsentrasi basis HPMC terhadap masing-masing uji mutu fisik dilihat dari signifikan pada *output* (Lumintang *et al.*, 2016). Terakhir, dilakukan uji *Paired sample T-test* untuk mengetahui perbedaan antara dua kelompok yang tidak berhubungan.

## F. Flowchart Penelitian

Gambar 1. Flowchart penelitian.

