

BAB 3

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Desain Penelitian

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimental laboratorium dengan tujuan untuk membandingkan kandungan SPF pada sediaan krim tabir surya berbahan dasar kombinasi ekstrak buah stroberi (*Fragaria × ananassa*) dengan ekstrak kulit jeruk siam (*Citrus nobilis* L.) dalam beberapa variasi konsentrasi.

3.2 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan Maret sampai Juli 2026 di laboratorium kimia dan laboratorium farmasetika prodi Farmasi Stikes Panti Waluya Malang.

3.3 Bahan dan Alat

3.3.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini ialah pisau, loyang, timbangan analitik, kertas perkamen, oven, blender, toples kaca untuk maserasi, ayakan mesh, batang pengaduk, cawan porselin, *beakerglass*, gelas ukur, pipet ukur, corong kaca, kertas saring, *hot plate*, kaca objek, lumpang dan alu, kaca objek, pH meter, pipet tetes, *rotary evaporator*, *waterbath*, spektrofotometer UV-Vis (Shimadzu) , termometer, dan sendok tanduk.

3.3.2 Bahan

Bahan yang digunakan ialah ekstrak buah stroberi, ekstrak kulit jeruk siam, setil alkohol, lanolin, asam stearat ,trietanolamin, gliserin, metilparaben, propylparaben, asam sitrat, natrium sitrat dan akuades.

3.4 Sampel Penelitian

Pada penelitian ini digunakan populasi buah stroberi (*Fragaria × ananassa*) yang diambil dari perkebunan buah stroberi di Kota Batu dan Kulit Jeruk Siam (*Citrus nobilis* L.) yang didapat dari Perkebunan buah jeruk di Kab, Dau, Malang.

3.5 Identifikasi Variabel Penelitian

3.5.1 Variabel Bebas

Variabel bebas (*Independent*) dalam penelitian ini adalah variasi konsentrasi ekstrak buah stroberi (*Fragaria × ananassa*) dengan ekstrak kulit jeruk siam (*Citrus nobilis* L.).

3.5.2 Variabel Terikat

Variabel terikat (*Dependent*) pada penelitian ini adalah karakteristik formula dan nilai SPF dalam sediaan tabir surya ekstrak buah stroberi (*Fragaria x ananassa*) dengan ekstrak kulit jeruk siam (*Citrus nobilis* L.).

3.6 Definisi Operasional Variabel Penelitian

Tabel 3. 1 Definisi Operasional Variabel Penelitian

Variabel	Definisi Operasional	Alat Ukur	Skala
Ekstrak Buah Stroberi	ekstrak kental buah stroberi (<i>Fragaria × ananassa</i>) yang diperoleh melalui metode maserasi menggunakan etanol 70% dan mengandung senyawa fenolik, flavonoid, serta antosianin sebagai senyawa aktif.	Ekstrak stroberi yang digunakan diperoleh dari buah stroberi (<i>Fragaria × ananassa</i>) yang diekstraksi dengan metode yang tepat sehingga kandungan senyawa aktifnya tetap terjaga. Ekstrak memiliki warna merah hingga merah kecoklatan yang menunjukkan adanya kandungan antosianin. Selain itu, ekstrak berbentuk kental setelah proses	Rasio

		penguapan pelarut dan memiliki aroma khas stroberi tanpa bau tengik. Ekstrak yang baik juga harus bebas dari kotoran serta kontaminasi mikroorganisme seperti jamur atau bakteri. Kandungan senyawa aktif seperti flavonoid, fenolik, dan antosianin di dalam ekstrak tetap terjaga sehingga dapat memberikan aktivitas antioksidan dan berpotensi memberikan manfaat bagi kulit.	
Ekstrak Kulit Jeruk Siam	Ekstrak yang diperoleh dari kulit buah jeruk siam (<i>Citrus nobilis</i> L.) melalui proses ekstraksi, umumnya dengan metode maserasi menggunakan pelarut etanol, sehingga diperoleh senyawa	Ekstrak stroberi yang digunakan diperoleh dari kulit jeruk siam (<i>Citrus nobilis</i> L.) yang diekstraksi dengan metode yang tepat sehingga kandungan senyawa aktifnya tetap terjaga. Ekstrak kulit jeruk siam yang digunakan	Rasio

	aktif seperti flavonoid, polifenol, dan vitamin C yang memiliki aktivitas antioksidan	memiliki warna kuning kecoklatan hingga coklat yang menunjukkan adanya senyawa flavonoid dan polifenol. Ekstrak biasanya berbentuk kental setelah proses penguapan pelarut dan memiliki aroma khas jeruk tanpa bau tengik. Selain itu, ekstrak harus bebas dari kotoran serta tidak terkontaminasi mikroorganisme seperti jamur atau bakteri. Ekstrak yang baik juga masih mengandung senyawa aktif seperti flavonoid, polifenol, dan vitamin C yang berperan sebagai antioksidan sehingga berpotensi memberikan aktivitas biologis yang baik.	
Tabir Surya	Krim tabir surya adalah sediaan semisolid berbasis emulsi (minyak dalam	Nilai fisik yang baik mencakup pH 4,5–7,0 (ideal 5,5–6,3 sesuai pH kulit), daya sebar	Rasio

	air atau air dalam minyak) yang dirancang untuk melindungi kulit dari paparan sinar ultraviolet (UV) matahari dengan menyerap, memantulkan, atau menghamburkan sinar UVA dan UVB.	≥ 5 cm agar mudah diaplikasikan, serta karakter organoleptik stabil seperti warna putih, bau khas, tekstur halus, dan homogenitas tanpa pemisahan fase selama penyimpanan, sesuai standar SNI dan evaluasi farmasi untuk mencegah iritasi serta menjamin perlindungan optimal.	
Uji karakteristik	Uji karakteristik dilakukan untuk memastikan sediaan memiliki karakteristik yang sesuai dengan parameter yang telah ditetapkan	Uji karakteristik meliputi uji organoleptik, uji pH, uji daya sebar, uji homogenitas, uji tipe krim, uji daya lekat, uji stabilitas	Rasio
Uji SPF	Uji SPF dilakukan untuk mengetahui konsentrasi optimal ekstrak buah stroberi dan kulit jeruk siam yang menghasilkan nilai SPF optimal	Alat ukur utama untuk uji SPF pada krim tabir surya adalah spektrofotometer UV-Vis, yang mengukur absorbansi pada panjang gelombang 290-320 nm.	Rasio

3.7 Prosedur Kerja Penelitian

3.7.1 Determinasi Buah Stroberi dan Kulit Jeruk Siam

Determinasi Buah Stroberi (*Fragaria × ananassa*) dan Kulit Jeruk Siam (*Citrus nobilis* L.) dilakukan di UPT Laboratorium Herbal Materia Medica Batu.

3.7.2 Pengambilan dan Pengolahan Simplisia stroberi

1. Buah stroberi sebanyak 3 kg diperoleh, dibersihkan, dicuci dengan air mengalir, dirajang, dan dikeringkan menggunakan oven dengan suhu 50°C.
2. Simplisia stroberi kemudian dihaluskan dan diayak menjadi serbuk kering sebagai bahan ekstraksi.

3.7.3 Pengambilan dan Pengolahan Simplisia Jeruk Siam

1. Kulit jeruk siam segar sebanyak 3,5 kg diperoleh, dibersihkan, dicuci dengan air mengalir, dirajang, dan dikeringkan menggunakan oven dengan suhu 50°C.
2. Simplisia kulit jeruk siam kemudian dihaluskan dan diayak menjadi serbuk kering sebagai bahan ekstraksi.

3.7.4 Pembuatan Ekstrak Etanol Buah Stroberi

1. Sebanyak 500 g serbuk stroberi dimaserasi dengan pelarut etanol 70% (perbandingan 1:5) selama 3 x 24 jam dengan pengadukan setiap 6 jam.
2. Filtrat hasil maserasi disaring dan diremaserasi ulang dengan pelarut sama.
3. Ekstrak yang diperoleh dipekatkan dengan *rotary vacuum evaporator* pada suhu 50°C hingga menjadi ekstrak kental berwarna coklat kehitaman.

3.7.5 Pembuatan Ekstrak Etanol Kulit Jeruk Siam

1. Sebanyak 500 g serbuk kulit jeruk siam dimaserasi dengan pelarut etanol 70% (perbandingan 1:5) selama 3 x 24 jam dengan pengadukan setiap 6 jam.
2. Filtrat hasil maserasi disaring dan diremaserasi ulang dengan pelarut sama.
3. Ekstrak yang diperoleh dipekatkan dengan *rotary vacuum evaporator* pada suhu 50°C hingga menjadi ekstrak kental berwarna coklat kehitaman.

3.7.6 Rancangan formula

Tabel 3. 2 Rancangan Formulasi Krim Tabir Surya Ekstrak Buah Stroberi Dan Ekstrak Kulit Jeruk Siam

Bahan	F0	F1	F2	F3	Fungsi
Ekstrak Stroberi	-	2,5g	5g	7,5g	Zat aktif
Ekstrak Kulit Jeruk Siam	-	7,5g	5g	2,5g	Zat aktif
Setil alkohol	5g	5g	5g	5g	Emulgator
Lanolin	1g	1g	1g	1g	Penstabil, emolien
Asam stearat	9g	9g	9g	9g	Emulgator
TEA	3g	3g	3g	3g	Emulgator/penetral
Gliserin	10g	10g	10g	10g	Humektan
Metil Paraben	0,02g	0,02g	0,02g	0,02g	Pengawet
Propil Paraben	0,3g	0,3g	0,3g	0,3g	pengawet
Asam sitrat	0,43g	0,43g	0,43g	0,43g	Penstabil pH
Natrium sitrat	0,86g	0,86g	0,86g	0,86g	Penstabil pH
Aquadest	Ad 50g	Ad 50g	Ad 50g	Ad 50g	Pelarut

Keterangan :

F0 = kontrol

F1 = sediaan mengandung ekstrak stroberi 2,5g dan ekstrak kulit jeruk siam 7,5g

F2 = sediaan mengandung ekstrak stroberi 5g dan ekstrak kulit jeruk siam 5g

F3 = sediaan mengandung ekstrak stroberi 7,5g dan ekstrak kulit jeruk siam 2,5g

3.7.7 Pembuatan Sediaan Krim F0

1. Leburkan bahan larut lemak fase minyak, yaitu 5 g setil alkohol, 1 g lanolin, dan 9 g asam stearat, pada penangas air hingga mencapai suhu 90°C.
2. Larutkan bahan larut air fase air, yaitu 0,02 g metil paraben, 0,3 g propil paraben, 10 g gliserin, 0,43 g asam sitrat, dan 0,86 g natrium sitrat di atas penangas air menggunakan suhu 50°C.

3. Campurkan fase air ke dalam fase minyak ke dalam mortir hangat sedikit demi sedikit kemudian ditambahkan 20 g aquades. Jika sudah homogen tambahkan 3 g TEA.
4. Gerus campuran secara konstan hingga terbentuk sediaan krim.

3.7.8 Pembuatan Sediaan Krim F1

1. Leburkan bahan larut lemak fase minyak, yaitu 5 g setil alkohol, 1 g lanolin, dan 9 g asam stearat, pada penangas air hingga mencapai suhu 90°C.
2. Larutkan bahan larut air fase air, yaitu 0,02 g metil paraben, 0,3 g propil paraben, 10 g gliserin, 0,43 g asam sitrat, dan 0,86 g natrium sitrat di atas penangas air menggunakan suhu 50°C.
3. Campurkan fase air ke dalam fase minyak ke dalam mortir hangat sedikit demi sedikit kemudian ditambahkan 1 g aquades. Jika sudah homogen tambahkan 3 g TEA.
4. Gabungkan 2,5 g ekstrak buah stroberi dan 7,5 g ekstrak kulit jeruk siam kedalam campuran fase air dan fase minyak.
5. Gerus campuran secara konstan hingga terbentuk sediaan krim

3.7.9 Pembuatan Sediaan Krim F2

1. Leburkan bahan larut lemak fase minyak, yaitu 5 g setil alkohol, 1 g lanolin, dan 9 g asam stearat, pada penangas air hingga mencapai suhu 90°C.
2. Larutkan bahan larut air fase air, yaitu 0,02 g metil paraben, 0,3 g propil paraben, 10 g gliserin, 0,43 g asam sitrat, dan 0,86 g natrium sitrat di atas penangas air menggunakan suhu 50°C.
3. Campurkan fase air ke dalam fase minyak ke dalam mortir hangat sedikit demi sedikit kemudian ditambahkan 1 g aquades. Jika sudah homogen tambahkan 3 g TEA.
4. Gabungkan 5 g ekstrak buah stroberi dan 5 g ekstrak kulit jeruk siam kedalam campuran fase air dan fase minyak.
5. Gerus campuran secara konstan hingga terbentuk sediaan krim

3.7.10 Pembuatan Sediaan Krim F3

1. Leburkan bahan larut lemak fase minyak, yaitu 5 g setil alkohol, 1 g lanolin, dan 9 g asam stearat, pada penangas air hingga mencapai suhu 90°C.

2. Larutkan bahan larut air fase air, yaitu 0,02 g metil paraben, 0,3 g propil paraben, 10 g gliserin, 0,43 g asam sitrat, dan 0,86 g natrium sitrat di atas penangas air menggunakan suhu 50°C.
3. Campurkan fase air ke dalam fase minyak ke dalam mortir hangat sedikit demi sedikit kemudian ditambahkan 1 g aquades. Jika sudah homogen tambahkan 3 g TEA.
4. Gabungkan 7,5 g ekstrak buah stroberi dan 2,5 g ekstrak kulit jeruk siam kedalam campuran fase air dan fase minyak.
5. Gerus campuran secara konstan hingga terbentuk sediaan krim

3.8 Uji Karakteristik Sediaan

3.8.1 Uji Organoleptis

Pengujian organoleptik krim melibatkan evaluasi terhadap warna, bau, dan tekstur dari sediaan tersebut.

3.8.2 Uji pH

Penentuan pH sediaan dilakukan menggunakan stik pH universal dengan cara mengoleskan sediaan pada stik pH. Setelah mengolesi stik pH secara sempurna, perubahan warna yang terjadi diamati dan dibandingkan dengan skala warna standar pada kemasan pH universal untuk mengetahui nilai pH sediaan.

3.8.3 Uji Daya Sebar

Sebanyak 0,5 g sediaan diletakkan di antara dua plat kaca objek yang diberi beban 500 g. Ukur diameter penyebaran krim setelah sekitar 1 menit. Daya sebar sediaan diukur dengan menentukan diameter dari sediaan yang menyebar di antara kedua pelat.

3.8.4 Uji Homogenitas

Uji homogenitas dilakukan menggunakan kaca objek. Beberapa bagian sediaan diambil dan dioleskan pada satu kaca objek, kemudian ditutup dengan kaca objek lain. Sediaan yang baik harus menunjukkan susunan yang merata tanpa adanya butiran kasar yang terlihat.

3.8.5 Uji Tipe Krim

Oleskan 1 g krim pada kaca preparat, tambahkan 1-2 tetes larutan *metilen blue* sambil diaduk rata, lalu amati hasilnya; jika warna biru menyebar merata berarti

tipe M/A (fase air kontinu), sedangkan jika membentuk butir-butir terpisah berarti tipe A/M (fase minyak kontinu), dengan alternatif pengenceran air di mana krim larut sempurna menandakan M/A dan menggumpal menandakan A/M.

3.8.6 Uji Daya Lekat

Dalam uji daya lekat, krim sebanyak 0,5 g dioleskan pada permukaan plat kaca dan kemudian diberikan beban seberat 250 g selama 5 menit. Setelah beban diangkat, kedua plat kaca yang berlekatan tersebut dipisahkan sambil mencatat waktu yang dibutuhkan hingga kedua plat terlepas satu sama lain. Standar daya lekat yang dianggap baik adalah apabila krim dapat mempertahankan keterlekatan selama lebih dari 4 detik. Metode ini digunakan untuk menilai kemampuan krim dalam menempel pada permukaan sehingga dapat memberikan efek terapeutik yang optimal pada kulit saat digunakan.

3.8.7 Uji Stabilitas

Sediaan krim tabir surya disimpan pada kondisi suhu ruang berkisar antara 25–30°C selama 28 hari untuk mengetahui kestabilan sediaan selama penyimpanan. Selama periode tersebut dilakukan beberapa pengujian untuk mengevaluasi perubahan yang mungkin terjadi pada krim. Parameter yang diamati meliputi uji organoleptis yang bertujuan melihat perubahan warna, bau, dan tekstur sediaan, pengukuran pH untuk memastikan kesesuaian dengan pH kulit, serta uji daya sebar dan daya lekat guna menilai kemampuan krim dalam menyebar dan menempel pada permukaan kulit. Seluruh pengujian dilakukan secara berkala pada minggu ke-0 sampai minggu ke-4 selama masa penyimpanan, sehingga dapat diketahui stabilitas fisik sediaan krim tabir surya dari waktu ke waktu.

3.9 Uji SPF

1. Pembuatan larutan induk 1000 ppm

Sebanyak 1 g sediaan krim tabir surya ditimbang, kemudian dilarutkan menggunakan etanol 70% hingga diperoleh larutan induk dengan konsentrasi 1000 ppm. Larutan kemudian disaring untuk memisahkan komponen yang tidak larut.

2. Skrining panjang gelombang maksimum (λ_{maks})

Larutan induk 1000 ppm dilakukan *scanning* menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada rentang panjang gelombang 290-320 nm untuk mengetahui daerah serapan maksimum dari sampel. Hasil *scanning* digunakan untuk melihat kemampuan sampel dalam menyerap radiasi UV dan menentukan panjang gelombang yang memiliki serapan tertinggi.

3. Pembuatan larutan uji

Larutan induk 1000 ppm kemudian diencerkan menggunakan etanol 70% hingga diperoleh konsentrasi uji 100 ppm, 200 ppm, 300 ppm, 400 ppm, dan 500 ppm dengan menggunakan rumus:

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

4. Pengukuran absorbansi untuk penentuan SPF

Masing-masing larutan uji diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 290–320 nm dengan interval 5 nm (290, 295, 300, 305, 310, 315, dan 320 nm). Sebelum pengukuran sampel, dilakukan pengukuran blanko menggunakan etanol 70% untuk mengoreksi absorbansi pelarut.

5. Perhitungan nilai SPF

Nilai absorbansi yang diperoleh digunakan untuk menghitung nilai SPF menggunakan metode Mansur:

$$SPF = CF \times \sum (EE \times I \times Abs)$$

Keterangan:

CF = *Correction Factor* (biasanya 10)

EE = *Erythematous Effect Spectrum*

I = Intensitas spektrum UV

Abs = nilai absorbansi pada tiap panjang gelombang

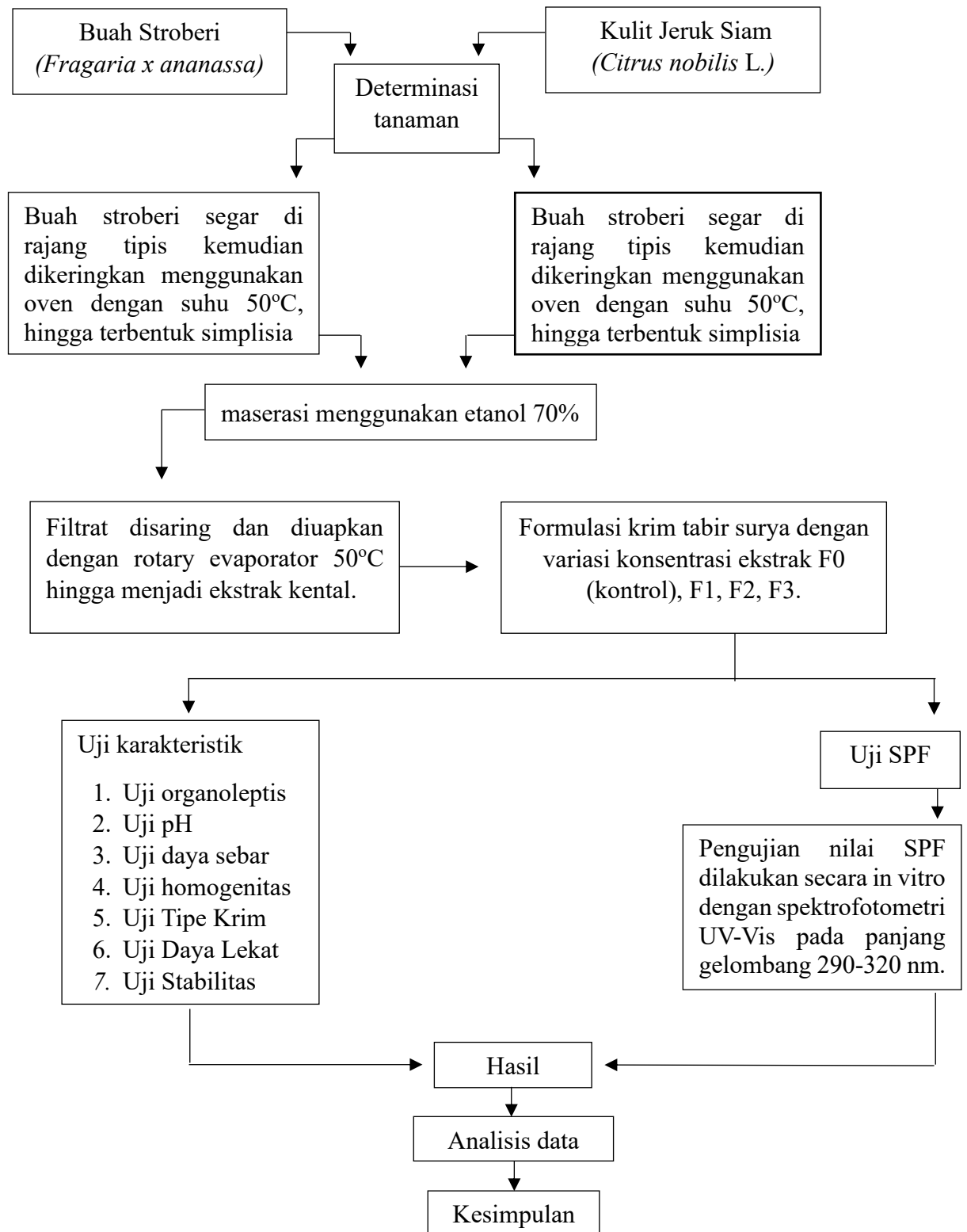
Tabel 3. 3 Nilai $EE \times I$ standar yang digunakan dalam persamaan Mansur

Panjang gelombang (nm)	$EE \times I$
290	0.015
295	0.0817
300	0.2874
305	0.3278
310	0.1864
315	0.0837
320	0.018

3.10 Metode Analisis Data

Perbedaan antarformula akan diuji menggunakan One-Way ANOVA pada software SPSS versi 26 dengan batas signifikansi 0,05, jika hasilnya signifikan ($p < 0,05$), dilanjutkan uji Tukey untuk menentukan formula optimal berdasarkan nilai SPF tertinggi yang memenuhi standar yang telah ditetapkan.

3.11 Kerangka Operasional



Bagan 3.1 Kerangka Operasional