

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **A. Desain Penelitian**

Penelitian yang dilakukan merupakan penelitian eksperimental. Desain penelitian yang digunakan yaitu eksperimental dengan menguji 3 formula suspensi dengan berbagai variasi konsentrasi, kemudian dilakukan uji mutu fisik dan penetapan kadar zat aktif. Penelitian ini dilakukan di laboratorium Teknologi Farmasi Program Studi S1 Farmasi Universitas Ngudi Waluyo Ungaran.

#### **B. Lokasi Penelitian**

Pembuatan dan pengujian suspensi ibuprofen dilakukan di Laboratorium Teknologi Farmasi Program Studi Farmasi Universitas Ngudi Waluyo. Bulan Juni 2023.

#### **C. Subyek Penelitian**

Sampel ibuprofen dan kolidon yang digunakan diperoleh dari PT Smart Lab Indonesia kemudian diformulasikan menjadi sediaan suspensi.

#### **D. Definisi Operasional**

Definisi operasional pada penelitian ini yaitu:

1. Zat aktif ibuprofen yang digunakan dari PT Smart Lab Indonesia
2. *Suspending agent* kolidon dengan konsentrasi yang digunakan adalah 9%, 9,5% dan 10%.
3. Pengujian mutu fisik yang dilakukan pada sediaan suspensi meliputi uji organoleptis, pH, viskositas, bobot jenis, ukuran partikel, sedimentasi, redispersi.
4. Metode penetapan kadar dilakukan dengan menggunakan spektrofotometri UV-Vis

#### **E. Variabel penelitian**

1. Variabel bebas

Variabel bebas adalah variabel yang dapat mempengaruhi dan menjadi sebab perubahan pada variabel tergantung. Pada penelitian ini variabel bebasnya yaitu konsentrasi kolidon sebagai *suspending agent* sebesar 9%, 9,5%, 10%.

## 2. Variabel tergantung

Variabel tergantung adalah variabel yang dipengaruhi akibat dari adanya variabel bebas. Variabel tergantung dalam penelitian ini meliputi uji organoleptis, pH, viskositas, bobot jenis, ukuran partikel, sedimentasi, redispersi dan kadar ibuprofen.

## 3. Variabel terkendali

Variabel terkendali dalam penelitian ini adalah alat, bahan, dan kondisi laboratorium.

## **F. Pengumpulan Data**

### 1. Alat dan bahan

#### a. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu timbangan analitik (Ohaus), spektrofotometri UV-Vis (Shimadzu UV- 1800), PSA (Partica), Ultra Turax (T25), pH Universal (Mquant), *beaker glass* 100 mL (Pyrex), gelas ukur (Pyrex), pipet volume 1 mL (Pyrex), piknometer 25 mL (Pyrex), mortir, steamper, batang pengaduk, labu ukur 10 mL (Pyrex), Viskometer (Brookfield DV2T).

#### b. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah ibuprofen (Smart Lab Indonesia), kolidon K30 (Smart Lab Indonesia), sorbitol (Smart Lab Indonesia), metil paraben (Smart Lab Indonesia), sirup simplek (Smart Lab Indonesia), esens jeruk (Koepoe), aluminium foil, aquadest, etanol pro analisis 99% (Smart Lab Indonesia).

### 2. Prosedur Penelitian

a. Rancangan formula

Formula suspensi ibuprofen hasil dari modifikasi penelitian (Savitri, 2011) yang dapat dilihat pada tabel 3.1. Perhitungan bahan dapat dilihat pada lampiran (2). Sediaan dibuat sebanyak 50 mL dengan konsentrasi zat aktif yaitu 100 mg/5mL.

**Tabel 3. 1 Rancangan Formula Suspensi Ibuprofen Modifikasi dari Savitri (2011).**

Bahan	$\Sigma$ Bahan (%)		
	F1	F2	F3
Ibuprofen	2	2	2
Sirup simplek	30	30	30
Sorbitol	15	15	15
Kolidon	9	9,5	10
Metil paraben	0,2	0,2	0,2
Esens jeruk	2 tetes	2 tetes	2 tetes
Aquadest	ad 100	ad 100	ad 100

Dasar pemilihan kolidon 9 %, 9,5 % dan 10 % dikarenakan pada saat percobaan menggunakan konsentrasi 6 % menghasilkan suspensi ibuprofen yang kurang baik dapat diketahui dari nilai viskositas yang dihasilkan 17 cP kurang dari syarat nilai viskositas yang baik yaitu 37cP - 396 cP.

b. Proses pembuatan suspensi ibuprofen

Setiap bahan ditimbang sesuai konsentrasi yang diperlukan. Botol dikalibrasi menggunakan aquadest sebanyak 50 mL. Metil paraben dilarutkan dalam *beaker glass* 100 mL yang berisi air panas 20 mL, setelah metil paraben larut dimasukan kolidon dan diaduk sampai homogen (campuran I). Dalam mortir yang berbeda dimasukan sorbitol. Ibuprofen dimasukan sedikit demi sedikit dalam sorbitol sampai terbasahi semua (campuran II). Campuran II dipindahkan ke dalam *beaker glass* 100 mL lalu dilakukan pengadukan dengan alat ultra turax hingga homogen. Campuran II ditambahkan ke dalam campuran I, lalu diaduk hingga homogen, dimasukan sirup simplek dan esens jeruk dipipet 2 mL. Sisa aquadest

ditambahkan dalam campuran dan diaduk hingga homogen. Hasil sediaan suspensi ibuprofen ditampung dalam wadah yang bersih dan dilakukan pengujian.

c. Pengujian sediaan suspensi

1) Uji Organoleptis

Uji organoleptis bertujuan untuk mengetahui bentuk, warna, rasa, bau dari sediaan suspensi ibuprofen, sehingga diketahui tampilan tersebut dalam keadaan baik. Pengujian dilakukan secara visual dengan mengamati warna, bentuk, mencium bau, dan merasakan sediaan suspensi ibuprofen (Gusnadi,2021).

2) Uji pH

Pengujian pH penting dilakukan untuk mengetahui derajat keasaman suatu sediaan (Wijaya dkk, 2021). Pengujian sediaan dilakukan dengan menggunakan pH universal dengan cara memindahkan sedikit sediaan dari botol ke dalam *beaker glass*, dicelupkan kertas pH ke dalam sampel ditunggu beberapa saat hingga kertas berubah warna. Kertas pH diambil dan dicocokkan dengan indikator pH universal. Nilai pH yang ideal bagi suspensi yaitu pada rentang 4-6 (Wijaya, dkk, 2021).

3) Uji bobot jenis

Cara melakukan uji bobot jenis pada sediaan suspensi ibuprofen yaitu piknometer dibersihkan kemudian dikeringkan lalu ditimbang, setelah itu dimasukkan aquadest ke dalam piknometer sampai penuh lalu dikeringkan bagian luar piknometer menggunakan tisu ditimbang dan dicatat, aquadest dibuang kemudian dikeringkan lagi menggunakan tisu. Piknometer sudah kering diisi sediaan hingga penuh dan ditimbang kemudian dicatat. Pengukuran bobot jenis dilakukan untuk mengetahui bobot jenis sediaan suspensi. Bobot

jenis untuk sediaan dengan pembawa air harus  $> 1,00 \text{ g/mL}$  (Wijaya, dkk, 2021).

Bobot jenis dihitung menggunakan rumus:

$$m \text{ Air} = (\text{Berat Piknometer} + \text{Aquadest}) - \text{Berat Piknometer kosong}$$

$$m \text{ Sampel} = (\text{Berat Piknometer} + \text{Sampel}) - \text{Berat Piknometer kosong}$$

$$\rho \text{ Sediaan} = \frac{m \text{ Sampel}}{V \text{ Air}}$$

$$\text{Bobot jenis sediaan} = \frac{\rho \text{ Sediaan}}{\rho \text{ Air}}$$

Keterangan:

$\rho \text{ air}$  = bobot jenis air pada suhu  $25^\circ\text{C}$  ( $0,99602 \text{ g/mL}$ )

$v \text{ air}$  = bobot/massa air (g)

$m \text{ sampel}$  = bobot/massa sampel (g)

$\rho \text{ sediaan}$  = bobot jenis zat cair uji ( $\text{g/mL}$ )

#### 4) Uji Viskositas

Pengujian viskositas suspensi ibuprofen menggunakan viskometer *Brookfield* (brookfield DV2T) dengan *spindle* no 62 dengan kecepatan  $100 \text{ rpm}$  selama 1 menit. Langkah pertama uji viskositas memasang *spindle* pada gantungan *spindle* terlebih dahulu. Sampel uji dimasukkan ke dalam *beaker glass* 100 mL. Kemudian spindel dibiarkan sampai tercelup selanjutnya ditekan tombol *run* sampai hasilnya muncul. Nilai viskositas suspensi menurut SNI adalah  $37 \text{ cP} - 396 \text{ cP}$  (Wijaya dan Lina, 2021).

#### 5) Volume sedimentasi

Pengujian volume sedimentasi dilakukan dengan cara dimasukan sediaan suspensi ibuprofen sebanyak 10 mL ke dalam gelas ukur 10 mL lalu ditutup menggunakan aluminium foil. Volume yang diisikan merupakan volume awal ( $V_0$ ). Gelas ukur yang berisi sediaan suspensi ibuprofen disimpan dalam suhu ruang selama 7 hari. Pengamatan volume akhir terjadinya sedimentasi pada hari ke 7, lalu volume terakhir diukur ( $V_u$ ) (Wijaya dan Lina, 2021). Volume sedimentasi dihitung menggunakan rumus.

$$F = \frac{vu}{vo}$$

Keterangan:

F= volume sedimentasi

Vu = volume sediaan – volume endapan (mL)

Vo = volume sediaan (mL)

#### 6) Redispersi

Uji Redispersi dilakukan dengan cara gelas ukur berisi suspensi ibuprofen yang telah diukur volume sedimentasinya diputar 180 derajat dan dibalikan ke posisi semula. Kemampuan redispersi baik bila suspensi telah terdispersi sempurna dan diberi nilai 100%. uji redispersi pada sampel yang sama, maka akan menurunkan nilai redispersi sebesar 5% artinya setiap penggojokan 1 kali diberi nilai 100%, penggojokan 2 kali diberi nilai 95% (Emilia, 2014).

#### 7) Ukuran Partikel

Uji partikel dilakukan dengan menggunakan alat *Particle Size Analyzer* (PSA) dengan cara sebelum digunakan, alat PSA dihidupkan terlebih dahulu selama  $\pm 20$  menit. Setelah itu, perangkat komputer yang terhubung dengan alat dinyalakan. Kemudian mulai dilakukan pengaturan pada alat. Sediaan suspensi dimasukan kedalam cuvet bersih hingga terisi  $\frac{2}{3}$  atau setara dengan 1 mL. Setelah itu cuvet yang berisi larutan blanko yaitu air dimasukan ke dalam alat dan ditutup. Lalu dibaca untuk melihat ukuran partikelnya. Sebelum diukur, suhu dikondisikan terlebih dahulu pada  $25^{\circ}\text{C}$  dengan menekan menu *Temp. Pane*. Standar mulai diukur dengan menekan menu *Auto*. Maka secara otomatis alat akan mengukur besarnya ukuran partikel (Ulfah, dkk, 2020). Foto alat PSA dapat dilihat pada lampiran 10.

#### 8) Pengujian kadar ibuprofen

a) Pembuatan larutan baku ibuprofen

Larutan baku ibuprofen murni dibuat dengan konsentrasi 1000  $\mu\text{g/mL}$ , dengan cara ditimbang 10 mg serbuk ibuprofen murni menggunakan timbangan analitik, dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL lalu ditambahkan pelarut etanol hingga tanda batas dan dikocok hingga larut (Rivai, dkk, 2020).

b) Penentuan panjang gelombang maksimum

Larutan baku ibuprofen 100  $\text{mg/mL}$  dilakukan pengenceran hingga didapatkan konsentrasi 100  $\mu\text{g/mL}$ . Larutan baku ibuprofen sebanyak 1 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL ditambahkan etanol sampai tanda batas dan dikocok hingga homogen. Larutan baku ibuprofen 100  $\mu\text{g/mL}$ , dipipet dengan mikro pipet 1,0 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL dicukupkan dengan etanol sampai tanda batas, sehingga didapatkan konsentrasi 10  $\mu\text{g/mL}$ . Serapan diukur pada rentang 200-400nm dengan spektrofotometer ultraviolet sehingga diperoleh panjang gelombang maksimum (Rivai, dkk, 2020).

c) Pembuatan kurva kalibrasi ibuprofen

Larutan baku ibuprofen 1000  $\mu\text{g/mL}$  yang diencerkan menjadi 100  $\mu\text{g/mL}$ , dipipet dengan pipet volume sebanyak 0,6 mL, 0,8 mL, 1 mL, 1,2 mL, dan 1,4 mL dimasukkan masing-masing ke dalam labu ukur 10 mL, dicukupkan sampai tanda batas hingga diperoleh konsentrasi 6  $\mu\text{g/mL}$ , 8  $\mu\text{g/mL}$ , 10  $\mu\text{g/mL}$ , 12  $\mu\text{g/mL}$ , 14  $\mu\text{g/mL}$ . Masing – masing absorbansi diukur dengan panjang gelombang maksimum ibuprofen (Rivai, dkk, 2020).

d) Penetapan Kadar

Penetapan kadar dilakukan dengan cara, diambil setara 50 mg suspensi ibuprofen atau 2,5 mL suspensi ibuprofen. dilarutkan dengan etanol pro analisis dalam labu ukur 100 mL, lalu dicukupkan dengan etanol sampai tanda batas. Lalu larutan disaring menggunakan kertas saring, maka diperoleh konsentrasi 500 µg/mL. Pengenceran dilakukan pada larutan hingga di dapat konsentrasi 100 µg/mL, dengan cara dipipet sebanyak 20 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL kemudian ditambahkan dengan etanol sampai tanda batas. Larutan baku ibuprofen 100 µg/mL dipipet dengan pipet volume 1 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL kemudian dicukupkan dengan pelarut sampai tanda batas, dikocok sampai homogen sehingga didapat konsentrasi setara 10 µg/mL. Absorbansi diukur dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum ibuprofen. Kadar ibuprofen ditentukan menggunakan persamaan regresi linier baku  $y = a+bx$  yang dihasilkan oleh seri konsentrasi standar (x) berbanding dengan nilai absorbansi (y). Hasil kadar suspensi ibuprofen berupa persen (%) dihitung menggunakan rumus penentuan kadar (Rivai dkk, 2020).

$$\text{Kadar ibuprofen} = \frac{\text{Konsentrasi (ppm)} \times \text{volume pembuatan} \times \text{faktor pengenceran}}{\text{berat sampel}} \times 100\%$$

### **G. Analisis Data**

Data hasil pengujian mutu fisik sediaan suspensi ibuprofen disajikan dalam bentuk tabel. Data selanjutnya dilakukan uji statistik uji normalitas, homogenitas anova dan *Post Hoc Tukey* menggunakan *Software Statistical Product and Service Solutions* (SPSS versi 26).