

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Desain Penelitian

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimental. Dalam penelitian ini yang diteliti yaitu pengaruh penggunaan *suspending agent* HPMC terhadap sifat fisik suspensi ibuprofen dengan menggunakan metode dispersi.

B. Lokasi penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Teknologi Farmasi Program Studi S1 Farmasi Universitas Ngudi Waluyo.

C. Subyek Penelitian

Zat aktif yang digunakan ibuprofen dan *suspending agent* HPMC diperoleh dari PT. Smart Lab Indonesia kemudian diformulasi kan menjadi sediaan.

D. Defenisi Operasional

Defenisi operasional pada penelitian ini yaitu:

1. Zat aktif ibuprofen yang digunakan dalam penelitian ini peroleh dari PT. Smart Lab Indonesia.
2. *Suspending agent* HPMC dengan konsentrasi yang digunakan adalah 0,5%, 0,75%, dan 1%.
3. Penetapan kadar ibuprofen dilakukan dengan menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis.
4. Pengujian yang dilakukan pada sediaan suspensi meliputi uji organoleptis, pH, viskositas, sedimentasi, redispersi, bobot jenis, ukuran partikel, dan

kadar ibuprofen.

E. Variabel penelitian

1. Variabel Bebas

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah konsentrasi *suspending agent* HPMC sebesar 0,5%, 0,75%, dan 1%.

2. Variabel Terikat

Variabel terikat dalam penelitian ini adalah uji stabilitas fisik sediaan suspensi yang meliputi uji organoleptis, pH, sedimentasi, redispersi, viskositas, dan bobot jenis, ukuran partikel, dan kadar ibuprofen.

3. Variabel Terkendali

Variabel terkendali dalam penelitian ini adalah adalah proses pembuatan suspensi.

F. Pengumpulan Data

1. Alat dan Bahan

a. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah kertas perkamen, gelas ukur, pipet volume, spektrofotometri UV-Vis, piknometer, viscometer, corong, neraca analitik, mortir, stamper, batang pengaduk, pipet ukur, pH universal, kompor listrik, labu takar dan cawan.

b. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah ibuprofen, HPMC, sirup simplek, sorbitol, metil paraben, perasa jeruk, etanol p.a dan aquadest

2. Persiapan Sampel

Sampel yang digunakan adalah ibuprofen, HPMC, sirup simplek, sorbitol, metil paraben, perasa jeruk, etanol p.a dan aquadest yang diperoleh dari PT. Smart Lab Indonesia.

3. Rancangan Formula

Pada penelitian ini menggunakan *suspending agent* HPMC dengan formula suspensi ibuprofen hasil dari modifikasi penelitian (Savitri, 2011) yang dapat dilihat pada tabel 3.1 :

Tabel 3. 1 Formula Suspensi Ibuprofen.

Komponen	Bahan (%)		
	F I	F II	F III
Ibuprofen	2	2	2
HPMC	0,5	0,75	1
Sirup simplek	12,5	12,5	12,5
Sorbitol	1,5	1,5	1,5
Metil paraben	0,2	0,2	0,2
Perasa jeruk	qs	qs	qs
Aquadest	ad 100	ad 100	ad 100

Keterangan : Sediaan suspensi ibuprofen dibuat sebanyak 50 mL.

a. Cara Pembuatan Suspensi Ibuprofen

Bahan ditimbang sesuai dengan konsentrasi yang dibutuhkan dan botol di kalibrasi sebanyak 50 mL menggunakan aquadest. Metil paraben dilarutkan dalam *beaker glass* 100 mL yang berisi air panas 20 mL, setelah metil paraben larut diaduk sampai terbentuk mucilage dan dimasukkan HPMC (campuran I). Dimortir yang berbeda dimasukkan sorbitol.

Ibuprofen dimasukan sedikit demi sedikit dalam sorbitol sampai terbasahi semua (campuran II). Campuran II dimasukan ke dalam campuran I, lalu diaduk hingga homogen. Sirup simplek dan perasa jeruk ditetes. Masukkan dalam wadah botol dan tambahkan aquadest sampai ad 50 mL.

G. Evaluasi Sediaan

Evaluasi sediaan suspensi ibuprofen meliputi :

1. Uji organoleptis.

Uji organoleptis ini 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, mencium bau, dan merasakan rasa sediaan suspensi ibuprofen (Gusnadi,2021).

2. Uji PH

Penentuan pH dilakukan dengan menggunakan pH universal, yaitu dicelupkan dan diamati perubahan warna dicocokkan dengan standar pH universal (Widyaningrum, 2019).

3. Uji bobot jenis

Uji bobot jenis menggunakan piknometer, ditimbang piknometer kosong lalu ditulis hasilnya, kemudian aquadest dimasukan ke dalam piknometer sampai penuh lalu ditimbang. Piknometer ditimbang yang sudah diisi dengan sediaan suspensi ibuprofen sampai penuh lalu ditimbang (Wijaya dkk, 2021).

Dihitung bobot jenis dengan rumus dibawah ini:

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

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

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

$$BJ = \frac{\rho \text{ Sediaan}}{\rho \text{ Air}}$$

Keterangan:

ρ air = bobot jenis air pada suhu 25°C (0,99602 g/mL)

m air = bobot/massa air (g)

m sampel = bobot/massa sampel (g)

ρ sediaan = bobot jenis zat cair uji (g/mL)

4. Uji viskositas

Pengujian viskositas suspensi ibuprofen menggunakan viskometer *Brookfield* dengan *spindle* no 64. Langkah pertama uji viskositas memasang spindle pada gantungan spindle terlebih dahulu. Sampel uji dimasukan ke dalam *beaker glass* 100 mL. *Spindel* dibiarkan sampai tercelup selanjutnya ditekan tombol *run* sampai hasilnya muncul. Nilai viskositas suspensi menurut SNI adalah 37 cP - 396 cP (Wijaya dan Lina, 2021).

5. Uji sedimentasi

Volume sedimentasi dapat mempunyai nilai yang berjarak < 1 atau > 1 . Dalam hal ini volume akhir dari endapan (F) adalah lebih kecil dari volume awal dari suspensi. Pengujian sedimentasi dilakukan dengan cara: memasukkan suspensi ke dalam tabung yang berskala, kemudian Volume yang diisikan merupakan volume awal (V_o). Volume akhir diamati terjadinya sedimentasi setelah beberapa waktu. Volume terakhir tersebut diukur (V_u).

Volume sedimentasi (F) (Wijaya dan Lina, 2021). Dihitung dengan rumus dibawah ini:

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

Keterangan:

Vo = volume awal (mL)

Vu = volume akhir (mL)

6. Redispersi

Uji Redispersi dilakukan dengan cara gelas ukur berisi suspensi ibuprofen yang telah diukur volume sedimentasinya secara manual menggunakan tangan 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 ± 20 menit. Setelah itu, perangkat komputer yang terhubung dengan alat dinyalakan, kemudian mulai dilakukan pengaturan pada alat. Dimasukan 2 ml sediaan suspensi ke dalam cuvet lalu dibaca untuk melihat ukuran partikelnya kemudian dimasukkan larutan standar ke dalam cuvet bersih hingga terisi sampai tanda batas pada cuvet. Setelah itu cuvet yang berisi larutan standar dimasukkan ke dalam alat dan ditutup dengan sebuah sensor. Sebelum diukur, suhu dikondisikan terlebih dahulu pada 25°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).

8. Pengujian kadar ibuprofen

a. Pembuatan larutan baku

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

b. Penentuan Panjang Gelombang Serapan Maksimum Ibuprofen.

Larutan baku ibuprofen dilakukan pengenceran hingga didapatkan konsentrasi 100 $\mu\text{g/mL}$ dengan cara dipipet sebanyak 1 mL. Lalu dimasukan ke dalam labu ukur 10 mL ditambahkan etanol sampai tanda batas. Larutan baku ibuprofen 100 $\mu\text{g/mL}$, dipipet dengan mikro pipet 1,0 mL dimasukan ke dalam labu ukur 10 mL dicukupkan dengan etanol sampai tanda batas. Pada penentuan panjang gelombang serapan maksimum diatas sehingga di dapatkan 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

Dari 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 $\mu\text{g/mL}$. Kemudian diukur absorbansi dan luas daerah di bawah kurva masing-masing larutan dengan panjang gelombang maksimum ibuprofen (Rivai, dkk, 2020).

d. Penetapan Kadar

Penetapan kadar dilakukan dengan cara diambil setara 50 mg serbuk ibuprofen dengan etanol dalam labu ukur 100 mL, lalu dicukupkan dengan etanol sampai tanda batas, dan disaring larutan menggunakan kertas saring, maka diperoleh konsentrasi 500 $\mu\text{g/mL}$. Dilakukan pengeceran pada larutan hingga di dapat konsentrasi 100 $\mu\text{g/mL}$ dengan cara dipipet sebanyak 20 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan dengan etanol sampai tanda batas. Kemudian larutan baku ibuprofen 100 $\mu\text{g/mL}$ dipipet dengan pipet volume 1 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL kemudian dicukupkan dengan pelarut sampai tanda batas, dikocok homogen sehingga didapat konsentrasi setara 10 $\mu\text{g/mL}$. Absorban dan luas daerah diukur di bawah kurva dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum ibuprofen. Kadar ibuprofen ditentukan berdasarkan persamaan regresi linier ibuprofen (Rivai dkk, 2020).

$$\text{Kadar ibuprofen} = \frac{\text{kadar (ppm)} \times \text{volume pembuatan} \times \text{faktor pengenceran}}{\text{Bobot penimbangan}} \times 100\%$$

H. Cara Analisis

Hasil dari formulasi sediaan suspensi ibuprofen dapat dilakukan dengan pengujian fisik sediaan berupa data yang diperoleh dari masing - masing sediaan berdasarkan pengujian organoleptis, pH, viskositas, volume sedimentasi, bobot jenis, ukuran partikel, redispersi, dan kadar ibuprofen disajikan dalam bentuk tabel. Analisis data dilakukan juga secara statistik menggunakan SPSS versi 23 secara One Way Anova dengan tingkat kepercayaan 95% dan tingkat kesalahan 5%.