

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

III.1. BAHAN PENELITIAN

Bahan - bahan yang dipergunakan dalam penelitian ini adalah :

- Kortison Asetat (E Merck) Pharmaceutical Grade
- Polyvinylpirrolidone K30 Pharmaceutical Grade
(BASF)
- Air suling

III.2. ALAT PENELITIAN

Alat - alat yang dipergunakan dalam penelitian ini, adalah:

- Mikroskop dengan kamera (Olympia)
- Obyek glass Neu-Bauer (kamar hitung)
- Obyek glass + gelas penutup
- Mikroskop listrik + lensa okuler dengan mikrometer
- Disposable syringe 2,5 cc + needle 25G

III.3. TAHAPAN PENELITIAN

III.3.1. IDENTIFIKASI BAHAN PENELITIAN (Uji kualitatif)

A. Kortison Asetat

Uji kualitatif Kortison asetat menurut USPXXI dan menurut British Pharmacopoeia Codex,

1. 2 mg asam sulfat + 5 mg kortison asetat, terbentuk warna kuning hijau kemudian menjadi oranye.
2. Kortison asetat + air, dibawah sinar ultra violet terbentuk warna hijau fluoresensi
3. Kortison asetat + metanol + reagen fehling, akan terbentuk endapan merah.

B. Polivilpirolidon

Uji kualitatif polivinilpirolidon secara kualitatif menurut USPXXI dan British Pharmacopoeia Codex,

1. Dalam 10 ml larutan (1:50) tambahkan 20 ml 0,1N HCl dan 5 ml Kalium dikromat TS; endapan kuning oranye akan terbentuk.

2. Larutkan 75 mg Kobalt Nitrat dan 300 mg Ammonium Tiosianat dalam 2 ml air, kemudian tambahkan 5 ml larutan povidone (1:50) dan tambahkan 3 N HCl, maka warna biru pucat akan terbentuk.
3. 5 ml larutan (1:200) tambahkan beberapa tetes iodine, maka akan terbentuk warna merah tua.

III.3.2. PEMBUATAN SUSPENSI KORTISON ASETAT

III.3.2.1. FORMULA SUSPENSI KORTISON ASETAT.

Sediaan suspensi kortison asetat dibuat berdasarkan beberapa pertimbangan sebagai berikut:

a. Jumlah Bahan Aktif Kortison Asetat.

Disesuaikan dengan konsentrasi sediaan suspensi yang terdapat di pasaran(9).

- Cortisab (Boots,UK) 250 mg/10ml
- Cortisone (Bernofarm) 250 mg/10ml
- Cortisone Acetate(Aroindo) 250 mg/10ml
- Cortisone Acetate (Ikapharmindo) 250 mg/10ml

Dibuat sediaan sebesar 0,5 X resep sediaan yang beredar dipasaran(125 mg/5ml)

b. Jumlah bahan tambahan.

-polivinilpirolidon

ditambahkan sebanyak 20%;10%;1%;1E-1%;
1E-2%;1E-3%;1E-4%;1E-5%;1E-6%b/v

-Air suling

ditambahkan secukupnya sampai 5 ml

III.3.2.2. PERSIAPAN BAHAN TAMBAHAN**III.3.2.2.1. Pembuatan Larutan Polivinilpirolidon****A. Pembuatan larutan pvp 20%b/v**

1. Timbang pvp sebanyak 5 gram dengan timbangan analitis.
2. (1) masuk ke dalam labu ukur 25cc secara kuantitatif.
3. (2) tambah air suling sampai garis tanda, kocok homogen.

B. Pembuatan larutan pvp 10%b/v

1. Pipet 10cc sediaan (A) dengan pipet volume dan masuk labu ukur 20cc
2. (1) ditambah air suling sampai garis tanda, kocok homogen.

C. Pembuatan larutan pvp 1%,1E-1%,1E-2%,1E-3%,1E-4%,1E-5%,1E-6%b/v.

1. Pipet 2cc sediaan(B) dengan pipet

volume dan masuk labu ukur 20cc.

2. (1) tambah air suling sampai garis tanda dan kocok homogen.
3. Dilakukan hal seperti (1)&(2) untuk konsentrasi 1E-1% sampai dengan 1E-2%

III.3.2.2.2. Persiapan air suling

Disiapkan air suling, saring melalui kertas saring dan melalui sintered glass dengan tekanan atmosphere.

III.3.2.3. PEMBUATAN SUSPENSI

Suspensi kortison asetat dibuat menurut cara sebagai berikut:

A. PEMBUATAN SUSPENSI TANPA PENGGERUSAN

A.1. Pembuatan suspensi kortison asetat dalam air.

1. Ditimbang 125 mg kortison asetat yang telah digerus halus dengan timbangan analitik.
2. (1) masuk vial, ditambah air suling 5cc dan stirer, kemudian distirer selama 3 menit.
3. Beri etiket dan simpan pada suhu kamar.

A.2.Pembuatan suspensi kortison asetat dalam air dengan penambahan pvp berbagai macam konsentrasi.

1.Ditimbang kortison asetat yang telah dihaluskan sebanyak 125 mg dengan timbangan analitis.

2.(1) dimasukkan vial, kemudian ditambah larutan pvp dengan konsentrasi yang dikehendaki sebanyak 5 ml.

3.Stirer masuk sediaan (2), distirer selama 3 menit.

4.Beri etiket dan simpan pada suhu kamar.

B. PEMBUATAN SUSPENSI DENGAN PENGGERUSAN.

B.1.Pembuatan suspensi kortison asetat dalam air.

1.Ditimbang 125 mg kortison asetat dengan timbangan analitis, masuk mortir.

2.(1) ditambah air suling setetes demi setetes sambil digerus sampai sedikit basah, digerus selama 3 menit(dalam keadaan sedikit basah).

3.(2) masuk vial secara kuantitatif, dan ditambah sisa air suling sampai 5ml.

4.Beri etiket dan simpan pada suhu kamar.

B.2. Pembuatan suspensi kortison asetat dalam air dengan penambahan pvp pada berbagai macam konsentrasi.

1. Ditimbang 125 mg kortison asetat dengan timbangan analitis, masuk mortir.
2. (1) ditambah larutan pvp dalam konsentrasi yang dikehendaki setetes demi setetes sambil digerus sampai sedikit basah, digerus selama 3 menit (dalam keadaan sedikit basah).
3. (2) masuk vial secara kuantitatif, dan ditambah sisa larutan pvp dalam konsentrasi yang dikehendaki sampai 5ml.
4. Beri etiket dan simpan pada suhu kamar.

III.3.2.4. KONDISI PENYIMPANAN

Menurut USP XX, kortison asetat disimpan dalam wadah tertutup baik, dan terlindung dari cahaya serta disimpan pada temperatur kamar. (9)

Dalam percobaan ini, kondisi penyimpanan adalah sebagai berikut:

- Wadah adalah vial dilapisi aluminium foil dan tertutup dengan tutup karet.

- Suhu penyimpanan adalah suhu kamar
- Lama penyimpanan 0 hari sampai dengan 44 hari.

III.3.2.5. CARA PENGAMATAN TIAP SAMPEL

1. Kocok sampel sediaan secara homogen
2. Pipet sampel dari vial secara random, teteskan di obyek glass, kemudian tutup dengan gelas penutup, pada waktu $t=0$ hari.
3. Amati dan ukur besarnya ukuran partikel pada mikroskop listrik dengan lensa okuler yang dilengkapi mikrometer, sebanyak 300 partikel.
4. Lakukan hal yang sama pada waktu 3, 6, 9, 12, 15, 18, 21, 24, 30, 37 dan 44 hari.
5. Lakukan duplo untuk tiap sampel yang ada.

III.4. HASIL PENELITIAN DAN PENGOLAHAN DATA

Dari hasil percobaan dengan pengukuran sebanyak 300 partikel,

1. Dikonversikan hasil ukur pengamatan menjadi hasil ukur

bersatuan mikron.

2. Dibuat tabel data waktu pengamatan terhadap ukuran partikel (dalam mikron) untuk tiap sampel.

t(hari)	0	3	6	9	.	.	.	44
d (diameter)								
9.52- 70.47								

3. Dari data (2) dibuat tabel diameter rata-rata (\bar{d}_{av}) partikel dalam bentuk range ukuran terhadap waktu pengamatan dari tiap sampel yang diamati, beserta hasil perhitungan standar deviasi.

size group	mean	aq;l	.	.	.
9.52-70.47					
-					
-					
-					

jumlah
diameter rata-rata
standar deviasi

4. Dibuat tabel hasil perhitungan yaitu $\bar{d}_{av} +$, dalam bentuk konsentrasi pvp yang ditambahkan terhadap waktu

pengamatan.

Dari data tersebut akan didapatkan kecepatan dan besarnya pertumbuhan kristal dari berbagai macam formulasi yang ada sehingga akan didapatkan hasil penambahan polivinilpirolidon yang ideal dalam penghambatan pertumbuhan kristal tersebut.

