

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Rancangan Penelitian

Jenis penelitian yang dilakukan bersifat eksperimen yang bertujuan untuk menyelidiki kemungkinan saling hubungan sebab akibat dengan cara mengadakan intervensi atau mengenakan perlakuan kepada satu atau lebih kelompok eksperimen, kemudian hasil (akibat) dari intervensi tersebut dibandingkan dengan kelompok yang tidak dikenakan perlakuan (kelompok kontrol) (Notoatmodjo, 2012:50).

Penelitian ini dilakukan dengan merancang, membuat formula, dan mengevaluasi sediaan *lip balm* ekstrak kulit kayu secang sebagai pelembab bibir. Formula dasar yang digunakan yaitu gliserin 5%, cera flava 10%, Nipagin 0,18%, lanolin 15%, oleum cacao ad 100%. Sediaan dibuat menjadi 4 formula dengan variasi konsentrasi ekstrak kulit kayu secang (*Caesalpinia sappan L.*) (F₀) 0% (F₁) 0,0006% (F₂) 0,0012% (F₃) 0,0025% (F₄) 0,0050% (F₅) 0,0100%. Kemudian mengevaluasi sediaan *lip balm* berupa pengamatan organoleptik, uji homogenitas, uji pH, uji stabilitas, serta uji kesukaan. Pada penelitian ini dilakukan 6 perlakuan yaitu F₀, F₁, F₂, F₃, F₄ dan F₅ dengan 4 kali pengulangan.

Pengulangan pada eksperimen ini (Hanafia, 2005:6) adalah:

$$(t - 1) (n - 1) \geq 15$$

$$(6 - 1) (n - 1) \geq 15$$

$$5(r - 1) \geq 15$$

$$5r - 5 \geq 15$$

$$5r \geq 20$$

$$r \geq 4$$

Keterangan :

n = jumlah pengulangan

t = jumlah perlakuan

15 = tetapan yang telah ditentukan

B. Subjek Penelitian

Subjek pada penelitian ini adalah formula *lip balm* dari ekstrak kulit kayu secang (*Caesalpinia sappan L.*) yang akan diformulasikan dengan konsentrasi yaitu F0 0% (sebagai pembanding atau kontrol) ,F1 (ekstrak kulit kayu secang 0,0006%) , F2 (ekstrak kulit kayu secang 0,0012%) , F3 (ekstrak kulit kayu secang 0,0025%) . F4 (ekstrak kulit kayu secang 0,0050%), dan F5 (ekstrak kulit kayu secang 0,0100%)

C. Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia dan Farmakognosi untuk melakukan proses pembuatan simplisia, identifikasi simplisia dan ekstraksi, di Laboratorium Farmasetika Jurusan Farmasi Politeknik Kesehatan Tangkarakang untuk melakukan proses pembuatan sediaan *lip balm*, dan di Laboraturium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi Universitas Lampung akan melakukan proses *Rotary Evaporator*. Penelitian ini akan dilakukan pada bulan Maret-Mei 2021.

D. Alat dan Bahan

1. Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca elektrik, gelas ukur 10 ml, beaker glass 250 ml, beaker glass 500 ml beaker glass 1000 ml, labu ukur 50 ml, kaca arloji, mortir dan stamper, pisau, cawan porselen, kertas perkamen, *hot plate*, kertas saring, *rotary evaporator merk Buchi*, *waterbath*, *oven*, corong kaca, batang pengaduk, blender, kaca objek, *pH meter digital pH-02*, sudip, spatula,penjepit tabung, pipet tetes, dan wadah *lip balm* 10 gram.

2. Bahan

Bahan tumbuhan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kulit kayu secang sebanyak 500 gram. Bahan kimia yang digunakan antara lain: etanol 96% 5 liter , Cera flava 100 gram, gliserin 100 gram, lanolin 100 gram , nipagin 20 gram, dan oleum cacao 250 gram.

E. Prosedur Penelitian

1. Pembuatan Simplisia kulit kayu secang (Kemenkes RI, 2017:531)
 - a. Disiapkan kulit kayu secang (*Caesalpinia sappan L.*) lalu dicuci bersih di air yang mengalir.
 - b. Kemudian tiriskan dan dipotong menjadi lebih kecil.
 - c. Keringkan kulit kayu secang menggunakan oven pada suhu 60°C sampai kadar air kurang lebih 10%.
 - d. Kulit kayu secang yang sudah kering diperkecil ukurannya dengan blender dan diayak dengan ayakan no 44.
2. Identifikasi Simplisia (Kemenkes RI, 2017:532)
 - a. Disiapkan serbuk simplisia kulit kayu secang (*Caesalpinia sappan L.*)
 - b. Diletakkan serbuk di atas kaca objek.
 - c. Ditetaskan larutan kloralhidrat sebanyak 1-2 tetes.
 - d. Dipanaskan di atas lampu spiritus, jangan sampai mengering lalu ditutup dengan penutup kaca objek.
3. Pembuatan ekstrak kulit kayu secang (Kemenkes RI, 2017:531)
 - a. Disiapkan wadah bejana yang akan digunakan pada proses maserasi.
 - b. Ditimbang sebanyak 250 gram serbuk simplisia kulit kayu secang dan dimasukkan ke wadah bejana yang telah disiapkan.
 - c. Tambahkan pelarut etanol 96% sebanyak 2500 ml kemudian tutup dengan *aluminium foil*.
 - d. Rendam larutan tersebut dan diamkan selama 3 hari/72 jam terhindar dari sinar matahari dan sesekali diaduk.
 - e. Setelah 3 hari/72 jam ampas disaring dan dipisahkan hasil pada wadah yang berbeda.
 - f. Lalu rendam kembali ampas dengan etanol 96% sebanyak 1250 ml selama 2 hari sambil sering diaduk.
 - g. Kemudian disaring kembali dan pisahkan ampas dengan hasil lalu diuapkan dengan *rotary evaporator*.
 - h. Dilanjutkan penguapan dengan menggunakan *waterbath* sehingga diperoleh ekstrak kental.

4. Uji Penapisan Fitokimia Flavonoid (Marjoni, 2016:9)
 - a. Dimasukan ekstrak ke dalam tabung reaksi.
 - b. Ditambahkan 0,5 gram serbuk mg.
 - c. Ditambahkan 2 ml HCL pekat.
 - d. Ditambahkan 2 ml amil alkohol.
 - e. Setelah itu dikocok dan dibiarkan memisah.
 - f. Flavonoid dikatakan positif jika terjadi perubahan warna merah, kuning, atau jingga pada lapisan amil alkohol.
5. Formula *lip balm* yang digunakan

Gliserin	5%
Cera flava	10%
Nipagin	0,18%
Lanolin	15%
Oleum cacao ad	100

(Syakdiah, 2018:17)

Tabel 3.1 Formula *lip balm* ekstrak kulit kayu secang (*Caesalpinia sappan L*) dalam 10 gram.

No	Fungsi	Komposisi	Formula <i>Lip balm</i> 10 gram											
			F ₀		F ₁		F ₂		F ₃		F ₄		F ₅	
			(%)	(g)	(%)	(g)	(%)	(g)	(%)	(g)	(%)	(g)	(%)	(g)
1	Ekstrak	Kulit Kayu Secang	0	0	0,0006	0,00006	0,0012	0,00012	0,0025	0,00025	0,0050	0,0005	0,0100	0,001
2	Humektan	Gliserin	5	0,5	5	0,5	5	0,5	5	0,5	5	0,5	5	0,5
3	Pengeras	Cera Flava	10	1	10	1	10	1	10	1	10	1	10	1
4	Pengawet	Nipagin	0,18	0,018	0,18	0,018	0,18	0,018	0,18	0,018	0,18	0,018	0,18	0,018
5	Pengikat	Lanolin	15	1,5	15	1,5	15	1,5	15	1,5	15	1,5	15	1,5
6	Basis	Oleum Cacao	Ad 100	Ad 10	Ad 100	Ad 10	Ad 100	Ad 10	Ad 100	Ad 10	Ad 100	Ad 10	Ad 100	Ad 10

Keterangan :

F₀: Formula *lip balm* tanpa menggunakan ekstrak kulit kayu secang.

F₁: Formula *lip balm* dengan menggunakan ekstrak kulit kayu secang 0,0006%

F₂: Formula *lip balm* dengan menggunakan ekstrak kulit kayu secang 0,0012%.

F₃: Formula *lip balm* dengan menggunakan ekstrak kulit kayu secang 0,0025%

F₄: Formula *lip balm* dengan menggunakan ekstrak kulit kayu secang 0,0050%

F₅: Formula *lip balm* dengan menggunakan ekstrak kulit kayu secang 0,0100%

4. Pembuatan ekstrak kayu secang dengan konsentrasi

a. Pembuatan ekstrak kayu secang 0,0006%

- 1) Disiapkan alat dan bahan
- 2) Ditimbang ekstrak kental sebanyak 50 mg, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 50 ml
- 3) Ditambahkan aquades sampai tanda batas labu ukur 50 ml, lalu dikocok hingga homogen
- 4) Dipipet ekstrak 0,06 ml menggunakan mikropipet 10-100 μL kemudian dimasukkan kedalam basis *lip balm*

b. Pembuatan ekstrak kayu secang 0,0012%

- 1) Disiapkan alat dan bahan
- 2) Ditimbang ekstrak kental sebanyak 50 mg, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 50 ml
- 3) Ditambahkan aquades sampai tanda batas labu ukur 50 ml, lalu dikocok hingga homogen
- 4) Dipipet ekstrak 0,12 ml menggunakan mikropipet 100-1000 μL kemudian dimasukkan kedalam basis *lip balm*

c. Pembuatan ekstrak kayu secang 0,0025%

- 1) Disiapkan alat dan bahan
- 2) Ditimbang ekstrak kental sebanyak 50 mg, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 50 ml
- 3) Ditambahkan aquades sampai tanda batas labu ukur 50 ml, lalu dikocok hingga homogen
- 4) Dipipet ekstrak 0,25 ml menggunakan mikropipet 100-1000 μL kemudian dimasukkan kedalam basis *lip balm*

d. Pembuatan ekstrak kayu secang 0,0050%

- 1) Disiapkan alat dan bahan
- 2) Ditimbang ekstrak kental sebanyak 50 mg, kemudian dimasukkan ke dalam

labu ukur 50 ml

- 3) Ditambahkan aquades sampai tanda batas labu ukur 50 ml, lalu dikocok hingga homogen
- 4) Dipipet ekstrak 0,50 ml menggunakan mikropipet 100-1000 μL kemudian dimasukkan kedalam basis *lip balm*

e. Pembuatan ekstrak kayu secang 0,0100%

- 1) Disiapkan alat dan bahan
 - 2) Ditimbang ekstrak kental sebanyak 50 mg, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 50 ml
 - 3) Ditambahkan aquades sampai tanda batas labu ukur 50 ml, lalu dikocok hingga homogen
 - 4) Dipipet ekstrak 1 ml menggunakan mikropipet 100-1000 μL kemudian dimasukkan kedalam basis *lip balm*
5. Prosedur pembuatan *lip balm*

Dilelehkan basis sediaan dalam penelitian ini yaitu lemak coklat di atas penangas air pada suhu lelehnya yaitu sekitar 31-34°C. Lemak coklat dimasukkan ke cawan penguap sambil diaduk sampai seluruh lemak coklat meleleh sempurna. Cera flava dilelehkan pada suhu lelehnya yaitu sekitar 62-64°C, kemudian dimasukkan ke dalam lelehan basis tersebut. Nipagin, lanolin dan gliserin dimasukan ke dalam lelehan basis sambil terus diaduk. Ekstrak kulit kayu secang dimasukkan terakhir sambil diaduk. Setelah itu dimasukkan ke dalam wadah *lip balm* lalu dibiarkan pada suhu ruangan sampai membeku (Ratih; Dkk, 2014:2).

F. Pengujian sediaan *lip balm*

1. Uji Organoleptik

Dilakukan oleh pengamat dengan memanfaatkan indera manusia yaitu indera penglihatan untuk mendeskripsikan warna yang dihasilkan, indera penciuman untuk mendeskripsikan bau maupun aroma yang dihasilkan, serta indera peraba untuk mendeskripsikan tekstur sediaan yang dihasilkan (Setyaningsih, Anton, Maya, 2010:7).

2. Uji Homogenitas

Homogenitas dilakukan dengan mengoleskan sejumlah tertentu sediaan menggunakan objek gelas, sekeping kaca atau bahan transparan lain yang cocok. Sediaan harus menunjukkan susunan yang homogen dan tidak terlihat adanya butiran kasar (Depkes RI, 1979:33).

3. Uji pH Sediaan

Hendaknya pH sediaan kosmetik diusahakan sama atau sedekat mungkin dengan pH fisiologi "mantel asam" kulit, yaitu antara 4,5-6,5. Kosmetik demikian disebut kosmetik dengan "*pH-balanced*". Semakin alkalis atau semakin asam bahan yang mengenai kulit, semakin sulit untuk menetralsirnya dan kulit akan menjadi lelah karenanya. Kulit dapat menjadi kering, pecah-pecah, sensitif dan mudah terkena infeksi (Tranggono dan Latifah, 2007:21).

Penentuan pH dilakukan dengan menggunakan alat pH meter pH-02 dengan range pengukuran : 0.00 – 14.00 pH dengan cara: Alat terlebih dahulu dikalibrasi dengan menggunakan larutan dapar standar netral (pH 7,01) dan larutan dapar asam (pH 4,01) hingga alat menunjukkan harga pH tersebut. Kemudian elektroda dicuci dengan aquades, lalu dikeringkan dengan tisu. Sampel dibuat dalam konsentrasi 1% yaitu ditimbang 1 g sediaan dan dilarutkan dalam 100 ml aquades, lalu dipanaskan. Setelah suhu larutan normal, elektroda dicelupkan dalam larutan tersebut. Dibiarkan alat menunjukkan harga pH sampai konstan. Angka yang ditunjukkan pH meter merupakan pH sediaan (Rawlins, 2003 dalam Linda, 2012:41).

4. Uji Stabilitas

Sediaan *lip balm* dievaluasi selama 14 hari yang meliputi pengamatan organoleptis (warna, bau, bentuk), homogenitas, dan pH untuk melihat apakah terjadi perubahan selama penyimpanan pada suhu kamar (Syamsul, Supomo, Jubaidah, 2020)

5. Uji Kesukaan

Uji kesukaan dilakukan secara visual terhadap 15 orang panelis. Setiap panelis diminta untuk mengoleskan formula sediaan yang dibuat pada kulit pergelangan tangan panelis. Kemudian, panelis memilih variasi formula mana yang paling disukai. Panelis menuliskan (1) sangat suka (2) suka (3) agak suka

(4) biasa saja (5) agak tidak suka (6) tidak suka (7) sangat tidak suka. Parameter pengamatan pada uji kesukaan adalah kemudahan pengolesan, aroma, homogenitas, dan kelembaban yang dirasakan pada kulit. Kemudian dihitung persentase kesukaan terhadap masing-masing sediaan (Setyaningsih, Anton, Maya, 2010:59).

G. Teknik Pengumpulan Data

1. Uji Organoleptis

Dilakukan dengan peneliti menyiapkan beberapa sampel sediaan *lip balm* yang dihasilkan dan meminta panelis untuk mengamati sediaan menggunakan panca indra untuk melihat bagaimana tekstur, warna dan bau sediaan.

2. Uji Homogenitas

Uji homogenitas dilakukan untuk mengetahui ada tidaknya butir-butir kasar dan dispersi warna oleh peneliti. Pada uji ini teknik pengumpulan data yang digunakan oleh peneliti adalah dengan metode *checklist* dengan menggunakan lembar tabel dan memberi kode 1= homogen dan, 2= tidak homogen.

4. Uji pH

Pada uji pH pengumpulan data dilakukan dengan melakukan pengukuran menggunakan pH meter pH-02 dengan range pengukuran : 0.00 – 14.00 pH terhadap 6 formulasi *lip balm* yang dihasilkan dicatat nilai pH yang tertera.

5. Uji Stabilitas

Pada uji stabilitas dilakukan pengambilan data terhadap 6 formula sediaan yang dihasilkan dengan melihat ada tidaknya perubahan organoleptis (warna, bau, dan tekstur), homogenitas, dan pH pada sediaan yang telah disimpan dalam waktu 14 hari pada suhu kamar. Pada uji ini teknik pengumpulan data dilakukan peneliti menggunakan metode *checklist* lalu data dimasukkan ke lembar tabel.

waktunya hingga kedua kaca objek terpisah.

5. Uji Kesukaan

Pada uji kesukaan yang dilakukan oleh 15 panelis yang akan menuliskan (1) sangat suka (2) suka (3) agak suka (4) biasa saja (5) agak tidak suka (6)

tidak suka (7) sangat tidak suka dengan parameter penampilan, kemudahan pengolesan, dan kelembaban yang dirasakan pada kulit.

H. Pengolahan Data dan Analisis Data

1. Pengolahan Data

a. *Editing*

Pengecekan kembali data yang diperoleh dari hasil pengamatan. Pengecekan dilakukan terhadap semua lembar pengujian yang meliputi uji organoleptik, uji homogenitas, uji pH, uji stabilitas, uji daya lekat serta uji kesukaan dengan memeriksa kelengkapan data untuk diproses lebih lanjut.

b. *Coding*

Setelah data di edit, dilakukan pengkodean yakni merubah bentuk kalimat atau huruf menjadi data angka/bilangan yang dimaksudkan untuk memudahkan dalam melakukan analisis. Seperti data homogenitas dilakukan pengkodean yaitu 1= tidak homogen dan 2= homogen.

c. *Entering*

Data-data yang telah selesai di *editing* dan *coding* selanjutnya dimasukan kedalam program *computer* untuk dianalisis. Data dimaksudkan ke dalam program *computer* pengolah tabel dan data disesuaikan dengan kode yang sudah diberikan.

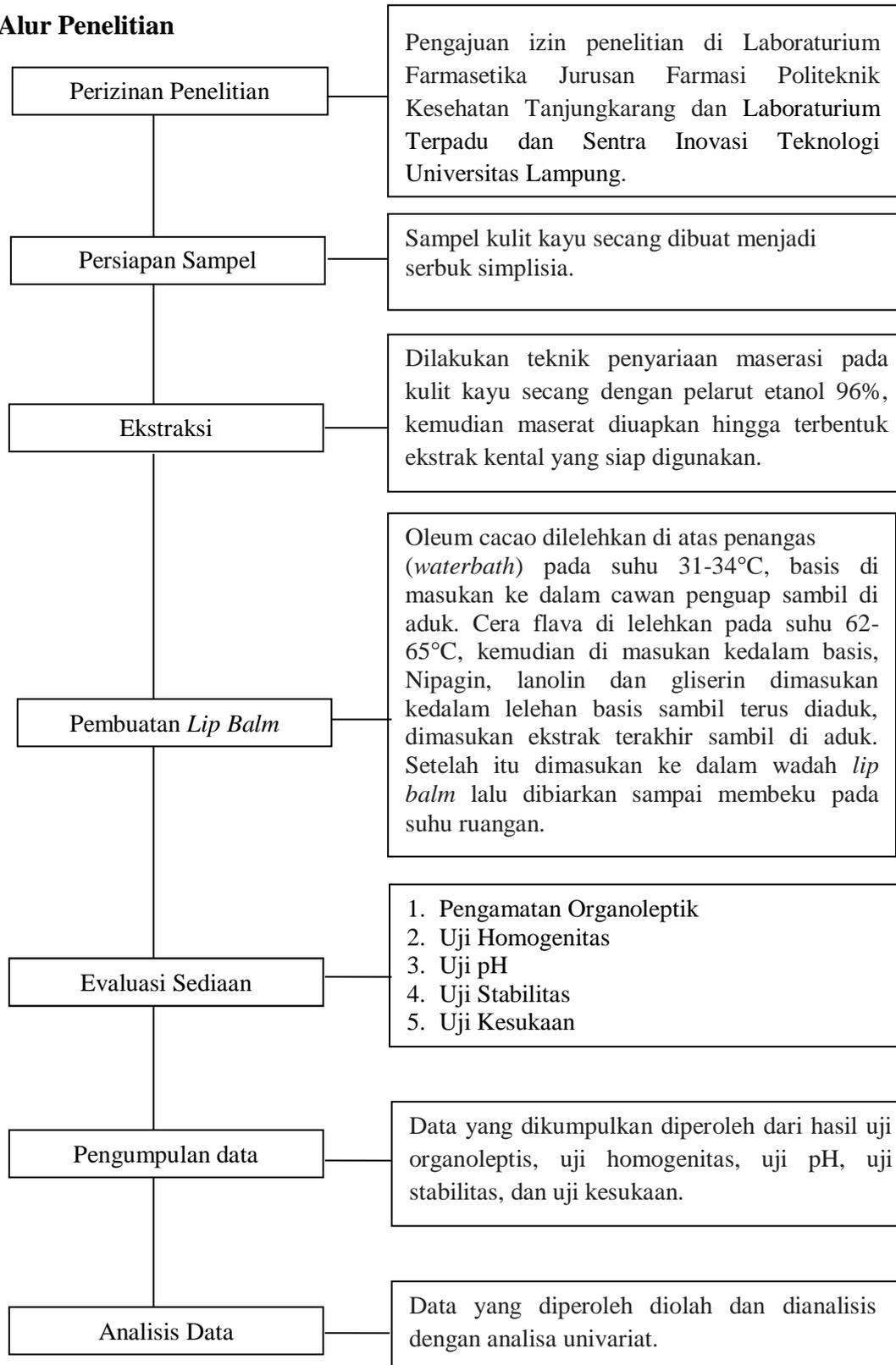
d. *Tabulasi*

Setelah data dianalisis, hasil yang diperoleh dibuat dalam bentuk tabel dan grafik. Data pada program *computer* pengolah tabel dan data dibuat dalam bentuk tabel agar mempermudah dalam menganalisis dan disajikan dalam bentuk grafik agar lebih mudah dalam memahami data.

2. Analisis data

Teknik analisis data dalam penelitian ini adalah analisis univariat yaitu analisis yang dilakukan terhadap setiap variabel dari hasil penelitian. Umumnya analisis univariat hanya menghasilkan data deskriptif seperti jumlah panelis yang memilih variabel kesukaan serta persentase tiap variabel homogenitas, pH, stabilitas, dan daya lekat yang didapat yang telah diketahui jumlah distribusinya (Notoatmodjo, 2010:182)

I. Alur Penelitian



Gambar 3.1 Alur Penelitian