

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Desain Penelitian

Penelitian ini merupakan penelitian jenis eksperimental yang bertujuan untuk mengetahui apakah formulasi sediaan lipstik dengan penambahan *enhancer* yang dibuat mempunyai stabilitas fisik yang baik dan juga memiliki daya antioksidan yang baik.

B. Tempat dan waktu

Penelitian ini dilakukan di laboratorium Teknologi Farmasi Fakultas Kedokteran dan Ilmu Kesehatan Universitas Muhammadiyah Yogyakarta. Waktu pelaksanaan selama 6 bulan yang dimulai pada bulan oktober 2018 hingga bulan april 2019.

C. Populasi dan Sampel

Populasi dalam penelitian ini adalah sediaan lipstik dengan menggunakan bahan ekstrak bunga rosella ungu. Sampel dalam penelitian ini adalah bagian dari lipstik dengan bahan ekstrak bunga rosella ungu.

D. Identifikasi variabel penelitian dan definisi operasional

1. Variabel penelitian

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah variasi konsentrasi *enhancer* dan formulasi yang digunakan. Variabel terikat dalam penelitian ini adalah stabilitas fisik dan daya antioksidan sediaan lipstik.

2. Definisi operasional

- a. Sifat fisik sediaan lipstik berupa uji organoleptik, uji daya oles, uji pH, homogenitas, titik lebur.
- b. Organoleptik adalah metode yang akan digunakan untuk dapat menguji kualitas suatu produk sediaan dari panca indra manusia. Yang akan diuji dapat berupa bau, warna, dan tekstur dari sediaan lipstik.
- c. Uji pH untuk mengetahui sifat asam-basa dari sediaan lipstik.
- d. Pengujian daya oles untuk mengetahui apakah sediaan yang dibuat dapat melekat dengan baik didalam kulit.
- e. Pengujian titik leleh untuk mengetahui temperature yang dapat melelehkan sediaan lipstik.
- f. Homogenitas sediaan lipstik bertujuan untuk mengetahui ada atau tidak ada padatan saat dioleskan ke bibir.
- g. Pengujian aktivitas antioksidan untuk mengetahui kadar antioksidan pada sediaan lipstik.
- h. Variasi konsentrasi *enhancer* untuk mengetahui pengaruhnya pada stabilitas fisik sediaan dan daya antioksidan sediaan lipstik.

E. Instrumen Penelitian

1. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat-alat gelas (*Iwaki Pyrex*®), waterbath (*Memmerth*®), timbangan analitik (*Mettler Tholedo*®), pH meter (*Mettler Tholedo*®), spektrofotometer uv-vis (*Jasco V-730*®), *centrifuge* (*Hettich*®), *rotary evaporator*.

2. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah simplisia bunga rosella ungu, paraffin (*Brataco*®), baeswax (*Brataco*®), setil alcohol (*Brataco*®), lanolin (*Brataco*®), tween (*Brataco*®), propilen glikol (*Brataco*®), asam oleat, nipasol (*Brataco*®), minyak jarak, dan essence.

F. Cara kerja

1. Identifikasi tanaman

Identifikasi tanaman bunga rosella ungu (*Hibiscus sabdariffa L.*) dilakukan di Laboratorium Biologi Fakultas MIPA Universitas Ahmad Dahlan.

2. Ekstraksi

Metode ekstraksi yang peneliti gunakan ialah metode maserasi. Maserasi dimulai dengan menimbang serbuk simplisia bunga rosella ungu (*Hibiscus Sabdariffa L.*) sebanyak 1 kg , kemudian dimasukkan ke dalam bejana dan ditambahkan pelarut etanol 96% sebanyak 5 L. Maserasi dilakukan selama tiga hari. Setiap 24 jam dilakukan penyaringan menggunakan corong Buchner untuk memisahkan ampas dengan maserat.

Maserat yang di dapat dari hasil penyaringan diuapkan menggunakan *rotary evaporator* dengan kecepatan 90rpm pada suhu 60°C tujuannya untuk memekatkan zat terlarut yang tidak menguap. Kemudian ekstrak cair hasil rotary dipanaskan menggunakan waterbath 60°C untuk mendapatkan ekstrak kental. Ampas serbuk sisa penyaringan di maserasi berulang menggunakan

pelarut etanol 96 % sebanyak 5L hingga hari ke tiga dan untuk memastikan tidak ada zat aktif tertinggal pada ampas serbuk simplisia.

3. Uji skrining fitokimia

a. Identifikasi alkaloid

0,5 g ekstrak bunga rosella ungu ditambahkan 10 mL kloroform dan 5 tetes NH_4OH , campuran tersebut disaring, filtratnya dikocok dan ditambahkan 10 tetes H_2SO_4 2M. Lapisan asam (atas) dibagi menjadi dua ke dalam tabung reaksi. Tabung pertama ditetesi pereaksi dragendorff. Hasil positif ditandai dengan terbentuknya warna merah atau jingga. Tabung kedua ditambahkan pereaksi mayer. Hasil positif ditandai dengan terbentuknya kabut putih hingga endapan putih (Mitha, dkk., 2016).

b. Identifikasi flavonoid

Sebanyak 0,5 g ekstrak bunga rosella ungu ditambahkan 10 mL methanol dan 10 mL aquades kemudian disaring. Lalu ditambahkan dengan 5 mL eter, dikocok dan didiamkan. Lapisan methanol diuapkan pada suhu 40°C . Kemudian dilarutkan dalam 5 mL etil asetat. Ditambahkan 1 mL etanol, 0,1 g serbuk magnesium dan 1 mL asam klorida pekat. Lalu dikocok kuat dan dibiarkan memisah. Hasil positif bila timbul warna merah, kuning (Mitha, dkk., 2016).

c. Identifikasi Tanin

Sebanyak 0,5 g ekstrak bunga rosella ungu ditambahkan 10 mL aquades panas, dididihkan selama 10 menit dan disaring. Ditambahkan

larutan FeCl_3 1%. Hasil positif bila terbentuk warna hijau kehitaman (Mitha, dkk., 2016).

d. Identifikasi saponin

0,5 g ekstrak bunga rosella ungu ditambahkan 10 mL aquades panas, dididihkan selama 10 menit dan disaring. Larutan dikocok kuat secara vertical selama 10 detik. Hasil positif bila terbentuk busa setinggi 1-10 cm yang stabil sekitar 10 menit dan tidak hilang saat ditambahkan 1 tetes HCl 2N (Mitha, dkk., 2016).

3. Formulasi sediaan lipstik

Pembuatan sediaan lipstik dilakukan dengan cara melelehkan paraffin wax, baeswax, setil alkohol, lanolin diatas penangas air. Proses ini menghasilkan campuran A.

Ekstrak bunga rosella ungu dan propilen glikol (*enhancer*) dicampur dalam mortir hingga homogen. Setelah itu, tween 80 dan essence dimasukkan kedalam mortir dan dihomogenkan. Nipasol dituang sedikit demi sedikit hingga homogen dalam mortir. Campuran ini menghasilkan campuran B.

Minyak jarak dimasukkan dalam mortir yang sudah dipanaskan. Campuran A yang sudah meleleh dituang kedalam mortir kemudian dihomogenkan dengan stamper hangat. Setelah homogen, tuang campuran B dalam mortir yang sudah berisi campuran A dan minyak jarak dicampur hingga homogen.

Seluruh campuran dituang dalam cawan porselen yang dipanaskan di atas penangas air kemudian diaduk hingga homogen kemudian dicetak

menggunakan cetakan lipstik. Setelah itu sediaan dibiarkan memadat pada suhu kamar.

Tabel 1. Formulasi Sediaan Lipstik

Komposisi	(Sediaan 100 g)			
	FI	FII	FIII	FIV
Ekstrak bunga rosella ungu	2,5	2,5	2,5	2,5
Minyak jarak	10	10	10	10
Setil alkohol	16,5	16,5	16,5	16,5
Lanolin	25	25	25	25
Paraffin wax	15	10	10	10
Baeswax	15	10	10	10
Tween 80	15	15	15	15
Nipasol	0,5	0,5	0,5	0,5
Propilen glikol	-	10	-	5
Asam oleat	-	-	10	5
Essence	0,5	0,5	0,5	0,5

4. Uji karakteristik sediaan lipstik

a. Uji organoleptis

Sediaan lipstik dengan ekstrak bunga rosella ungu dari tiap formula diamati warna, bentuk, bau, tekstur yang diamati secara visual (Farima, 2009).

b. Uji homogenitas

Sediaan lipstik dengan ekstrak bunga rosella ungu dari tiap formula diamati homogenitasnya dengan cara mengoleskan sejumlah tertentu sediaan pada kaca transparan, dimana sediaan harus menunjukkan susunan yang homogen dan tidak terlihat adanya butiran kasar dan partikel asing (Putri, 2013).

c. Uji daya oles

Pengujian dilakukan secara visual dengan cara mengoleskan sediaan lipstik pada punggung tangan kemudian mengamati banyaknya warna yang menempel pada tekanan tertentu seperti biasanya dalam menggunakan lipstik. Pengujian dilakukan terhadap masing-masing sediaan dan dioleskan dengan 5 kali pengolesan (Nur, 2012).

d. Uji titik leleh

Pengujian ini dilakukan dengan cara memasukkan sediaan lipstik dalam oven dengan suhu awal 50°C selama 15 menit. Kemudian diamati apakah melebur atau tidak, setelah itu suhu dinaikkan 1°C setiap 15 menit sampai lipstik mulai melebur (Nur, 2012).

e. Uji pH

Pengujian dilakukan menggunakan alat pH meter. Alat pH meter terlebih dahulu dikalibrasi dengan menggunakan larutan aquades netral (pH 7,0). Sediaan lipstik dibuat dalam konsentrasi 1% yaitu ditimbang 1 g sediaan dan dilarutkan dalam 100 ml aquades. Kemudian celupkan elektroda dalam larutan, dibiarkan alat menunjukkan harga pH yang konstan (Nur, 2012).

5. Uji antioksidan

a) Preparasi Sampel Uji Aktivitas Antioksidan

Ekstrak bunga rosella ungu, pembanding rutin, dan juga krim ekstrak bunga rosella ungu yaitu formula I, II, III, dan IV ditimbang 2,5 gram dimasukkan ke dalam tabung reaksi yang telah di tutup dengan alumunium foil. Sampel dilarutkan dengan 5 ml metanol p.a dan digojoj hingga larutan homogen. Larutan *disentrifugasi* selama sepuluh menit dengan kecepatan 600 rpm, kemudian disaring agar mendapatkan filtrat jernih.

b) Pembuatan Larutan DPPH dan Penentuan Panjang Gelombang maksimal.

Ditimbang 10 gram reagen DPPH dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml yang telah di tutup dengan alumunium foil, kemudian dilarutkan dengan metanol p.a hingga 100 ml. Larutan DPPH tersebut diambil 5 ml, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml yang telah ditutup menggunakan alumunium foil dan ditambahkan metanol p.a hingga 10 ml, gojog hingga homogen dan didiamkan di tempat gelap selama 30 menit. Panjang gelombang diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada rentang panjang 400-800 nm.

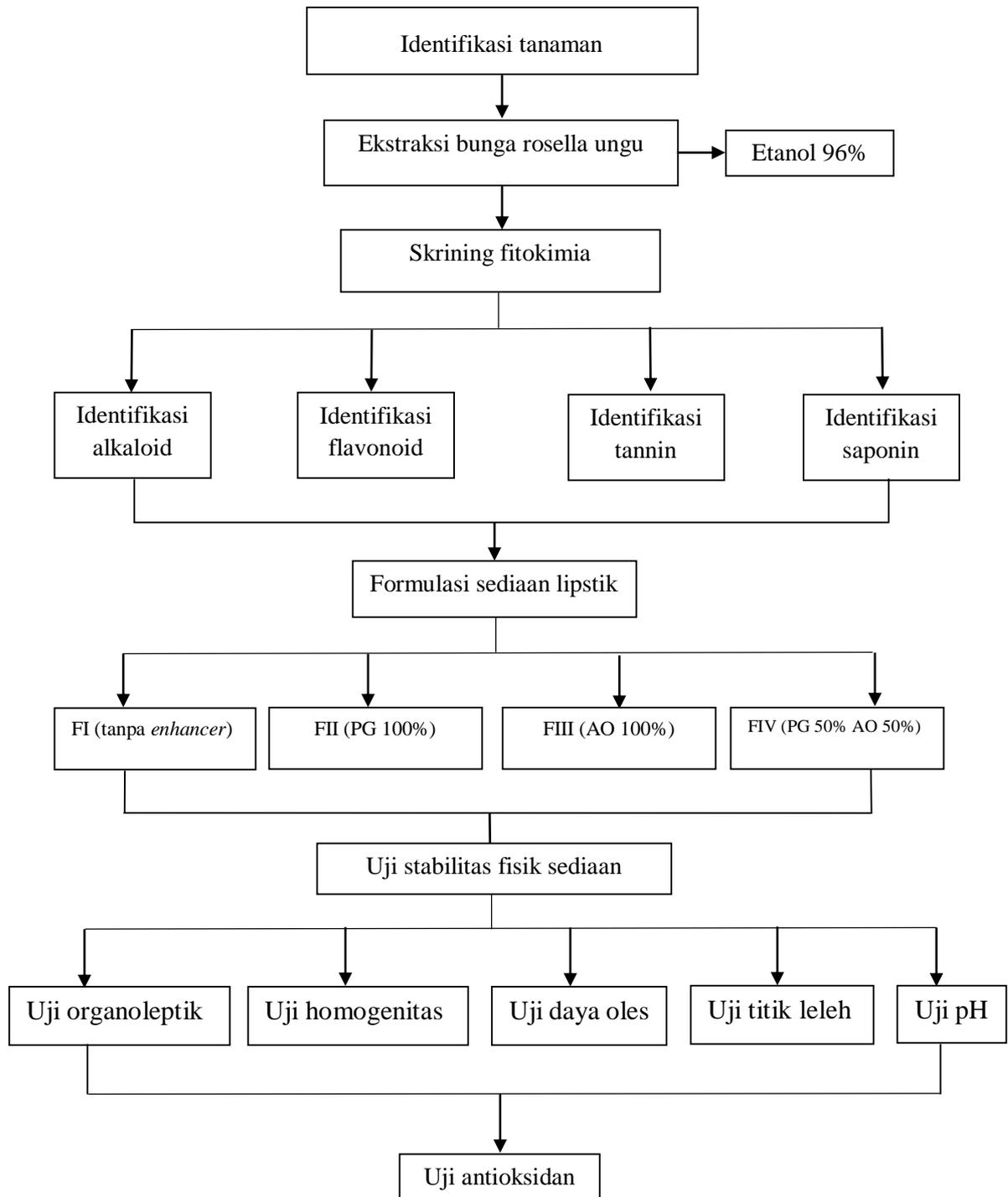
c) Uji Aktivitas Antioksidan.

Sampel yang telah di preparasi diambil sebanyak 3 ml dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml. Pada labu ukur ditambahkan larutan DPPH sebanyak 2 ml dan etanol p.a sampai 10 ml. Diamkan di tempat gelap selama 30 menit. Kemudian dibaca absorbansinya dengan

spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimal yang diperoleh yaitu 518 nm. Kemudian dilakukan perhitungan aktivitas antioksidan menggunakan hasil absorbansi yang didapat, yaitu menggunakan rumus:

$$\% \text{ Aktivitas Antioksidan: } \frac{\text{Abs.kontrol} - \text{Abs.perlakuan}}{\text{Abs.kontrol}} \times 100\%$$

G. Skema langkah kerja



Keterangan : PG = Propilen Glikol

AO = Asam Oleat

H. Analisis data

Analisa data dalam penelitian ini adalah data yang diperoleh selama melakukan penelitian dikelompokkan berdasarkan variabel yang diteliti yaitu uji stabilitas fisik meliputi pengamatan organoleptis, homogenitas, daya sebar, daya lekat, uji pH dan uji antioksidan. Analisa data uji stabilitas fisik, uji antioksidan dan uji fitokimia antosianin dilakukan oleh peneliti dengan cara hasil uji stabilitas fisik, uji antioksidan, uji fitokimia antosianin yang diperoleh dibandingkan dengan standar yang ada.