

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini akan dilakukan pada bulan Januari-Mei 2025, bertempat di Laboratorium Teknologi Sediaan Farmasi Program Studi Farmasi Program Sarjana (S-1) Fakultas Ilmu Kesehatan di Universitas Bhamada Slawi.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu oven (*Getra Dehydrator*), rotary evaporator (*Biobase*), waterbath, viskometer brookfield (*NDJ-8S*), kompor listrik (*Maspion S-300*), dan skin analyzer (*CkeyiN Digital Skin Analyzer*), timbangan digital (*Ohaus*), desikator, blender (*Philips*), toples kaca, mortir dan stamper, krus porselen, botol timbang, kaca objek, gelas beaker (*Pyrex*), tabung reaksi (*Pyrex*), cawan porselin, kaca arloji, sendok tanduk, batang pengaduk, corong gelas (*Pyrex*), pipet tetes, gelas ukur (*Pyrex*), wadah *lip gel*, stik pH (*DR.GRAY*), kertas saring (*Whatman*), aluminium foil, kertas perkamen, kain saring.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu ekstrak kulit lemon, sari mentimun, HPMC, gliserin, metil paraben, oleum

citri, aquadest, etanol 70%, larutan; HCl pekat, H₂SO₄ 2 N, reagen mayer, FeCl₃ 5%, dan serbuk Mg.

3.3 Rancangan Penelitian

Rancangan penelitian ini dibagi menjadi tiga tahap yaitu tahap persiapan, tahap pelaksanaan dan tahap akhir. Dengan variabel sebagai berikut:

3.3.1 Variabel Bebas

Variabel bebas pada penelitian ini yaitu variasi konsentrasi ekstrak etanol kulit lemon (*Citrus limon* L.) dan sari timun (*Cucumis sativus* L.) yang berbeda pada sediaan *lip gel*.

3.3.2 Variabel Terikat

Variabel terikat pada penelitian ini yaitu kelembaban bibir terhadap sediaan *lip gel* dan stabilitas sifat fisik sediaan *lip gel*.

3.3.3 Variabel Terkendali

Variabel terkontrol pada penelitian ini yaitu pengambilan sampel, penimbangan bahan, metode pembuatan, dan uji stabilitas fisik sediaan.

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Pengambilan Sampel

Sampel yang digunakan yaitu kulit lemon (*Citrus limon* L.) yang ditanam dari tanah pekarangan di Desa Dukuhwringin, Kecamatan Slawi, Kabupaten Tegal. Pemilihan kulit lemon ditentukan oleh warna buah yang kuning dan segar (Shiyan et al., 2022). Sampel kedua adalah mentimun (*Cucumis sativus* L.) yang ditanam dari tanah pekarangan di Desa Balapulang Kulon,

Kecamatan Balapulang, Kabupaten Tegal. Buah mentimun yang dipilih adalah yang telah mencapai tingkat kematangan optimal, ditandai dengan warna hijau segar dan keseragaman tingkat kematangan (Purwanto & Syamsul, 2014).

3.4.2 Determinasi Tanaman

Determinasi tanaman dilakukan di Laboratorium Bahan Alam Prodi Farmasi S1 Fakultas Ilmu Kesehatan Universitas Bhamada Slawi. Identifikasi tumbuhan merupakan langkah awal yang dilakukan sebelum melanjutkan ke tahapan proses penelitian lebih lanjut. Ini adalah proses menentukan nama/jenis spesifik suatu tumbuhan. Tujuannya untuk mengecek identitas tanaman yang sebenarnya, apakah benar merupakan tanaman yang diperlukan, agar tidak terjadi kesalahan pada saat pengumpulan bahan penelitian (Sani *et al.*, 2023).

3.4.3 Pembuatan Ekstrak Kulit Lemon

Proses ekstraksi dimulai dengan pengambilan sampel buah lemon yang dibersihkan dari kontaminan lalu dipisahkan dari kulitnya. Setelah itu kulit lemon yang telah dipisahkan kemudian dilakukan sortasi basah, lalu dilakukan perajangan agar menjadi potongan-potongan kecil sehingga memudahkan proses pengeringan. Berikutnya dilakukan pengeringan dalam oven dengan suhu 50-60°C. Simplisia kering kemudian dihaluskan menjadi serbuk sebanyak 300 gram serbuk ditimbang, selanjutnya di maserasi dengan 3 liter etanol 70%. Wadah ditutup rapat

terlindung dari cahaya dan direndam selama tiga hari sambil sering diaduk hingga pelarut tercampur sempurna. Setelah selesai, cairan hasil rendaman disaring. Selanjutnya, cairan filtrat dari maserasi diuapkan menggunakan rotary evaporator pada suhu 40°C. Setelah itu, ekstrak diuapkan kembali menggunakan water bath pada suhu 60°C hingga diperoleh ekstrak kental (Firmansyah *et al.*, 2021).

Untuk menghitung nilai rendemen ekstrak etanol kulit lemon dapat dihitung dengan rumus berikut:

$$\text{Rendemen} = \frac{\text{Berat ekstrak yang didapat}}{\text{Berat simplisia yang di ekstraksi}} \times 100\%$$

(Kusuma, 2022).

3.4.4 Pembuatan Sari Mentimun

Mentimun di kupas kulitnya dan haluskan dengan blender hingga mendapatkan konsistensi yang halus. Langkah selanjutnya adalah disaring sari mentimun dengan cara menyaringnya menggunakan kain saring (Ariyanto *et al.*, 2022).

3.4.5 Uji Parameter Ekstrak

1. Organoleptik

Penentuan sifat organoleptik ekstrak digunakan untuk mendeskripsikan bentuk, warna, bau, dan rasa dengan menggunakan panca indra (Dayanti *et al.* , 2023).

2. Susut Pengerinan

Sebanyak 1 gram ekstrak ditimbang, kemudian dimasukkan ke dalam botol timbang tertutup yang sebelumnya telah dipanaskan pada suhu 105 °C selama 30 menit. Sebelum penimbangan selanjutnya, ekstrak diratakan di dalam botol dengan cara menggoyang atau memiringkan botol hingga terbentuk lapisan merata setebal kurang lebih 5–10 mm. Setelah itu, botol dengan tutup terbuka dimasukkan ke dalam oven dan dikeringkan pada suhu 105 °C selama 30 menit guna menghilangkan kandungan air atau pelarut yang masih tersisa.

Setelah proses pengeringan selesai, botol dikeluarkan dari oven, kemudian didinginkan di dalam desikator hingga mencapai suhu ruang. Selanjutnya, botol bersama ekstrak ditimbang untuk memperoleh bobot kering. Berdasarkan perbedaan berat sebelum dan sesudah dikeringkan, persentase susut pengeringan dihitung. Ekstrak dikatakan memenuhi syarat apabila memiliki susut pengeringan kurang dari 10%, yang menunjukkan kadar airnya masih berada dalam batas yang dapat diterima.

$$\text{Susut pengeringan (\%)} = \frac{A-B}{B} \times 100\%$$

(DepKes RI, 2008)

Keterangan :

A = Botol timbang + sampel sebelum dipanaskan (gr)

B = Botol timbang + sampel setelah dipanaskan (gr)

3. Penentuan Kadar Abu

Sebanyak satu gram ekstrak ditimbang dan dimasukkan ke dalam krus silikat yang telah dipijar dan ditimbang sebelumnya. Selanjutnya, abu dipijar menggunakan tanur secara bertahap, dengan cara meningkatkan suhu secara perlahan hingga mencapai 600 ± 25 °C hingga seluruh arang terbakar habis (Rahmaniati *et al.*, 2018). Standar parameter kadar abu total yaitu 10,6 % (Dewi *et al.*, 2023)

$$\text{Kadar abu total} = \frac{W_2 - W_0}{W_1} \times 100\%$$

(Dayanti *et al.*., 2023).

Keterangan :

W0 = Berat cawan kosong (gr)

W1 = Berat ekstrak awal (gr)

W2 = Berat cawan + berat ekstrak setelah diabukan (gr)

3.4.6 Skrining Fitokimia Ekstrak

Skrining fitokimia dilakukan terhadap ekstrak kulit lemon pada tabung reaksi dengan meliputi kandungan flavonoid, alkaloid, tannin, dan saponin.

1. Identifikasi Flavonoid

Masukkan 0,5 gr ekstrak ke dalam tabung reaksi, larutkan dalam 5 mL etanol 96%, tambahkan 0,1 gr serbuk Mg dan 10 tetes asam klorida pekat, lalu kocok perlahan hingga berubah warna kuning, warna merah atau jingga menandakan ekstrak tersebut mengandung flavonoid (Astuti *et al.*., 2021).

2. Identifikasi Alkaloid

Masukkan 0,5 gram ekstrak ke dalam tabung reaksi, larutkan dalam beberapa mL asam sulfat 2 N, dan uji dengan reagen Mayer. Endapan putih pada penambahan pereaksi Mayer menunjukkan hasil positif untuk alkaloid (Astuti *et al.* , 2021).

3. Identifikasi Tanin

Ekstrak kental lemon sebanyak 1 gram dimasukkan ke dalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan 2 tetes larutan FeCl_3 1% (besi). Jika terjadi perubahan warna menjadi biru tua atau hitam kehijauan, hal ini menunjukkan adanya tannin dalam ekstrak tersebut (Firmansyah *et al.*, 2021)

4. Identifikasi Saponin

Ekstrak kental lemon sebanyak 0,5 gram dimasukkan ke dalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan 10 ml air panas dan didinginkan. Selanjutnya, campuran dikocok kuat selama kurang lebih 10 detik dan didiamkan selama kurang dari 10 menit. Jika busa yang terbentuk tidak hilang setelah penambahan 1 tetes asam klorida 2N, hal tersebut menunjukkan adanya saponin dalam ekstrak (Firmansyah *et al.*, 2021).

3.4.7 Formulasi Sediaan *Lip Gel*

Formulasi sediaan *lip gel* dibuat dalam 15 gram dengan ekstrak kulit lemon sebagai zat aktif dapat dilihat pada tabel 3.1

Tabel 3.1 Formulasi Sediaan *lip gel* ekstrak kulit lemon dan sari mentimun

Bahan	Kegunaan	F0	F1	F2	F3	Literatur
		Konsentrasi (%)				
Ekstrak kulit lemon	Zat aktif	-	5	6	7	(Nailul & Nisa, 2023)
Sari timun	Zat aktif	-	5	4	3	(Yasmi & Fitriyani, 2023)
HPMC	<i>Gelling agent</i>	2	2	2	2	2-10% (Rowe, 2009)
Gliserin	Humektan	10	10	10	10	≤ 30% (Rowe, 2009)
Metil paraben	Pengawet	0,3	0,3	0,3	0,3	0,2-0,3% (Rowe, 2009)
Oleum citrii	Zat pewangi	q.s	q.s	q.s	q.s	-
Aquades	Pelarut	Ad 100	Ad 100	Ad 100	Ad 100	(Rowe, 2009)

Keterangan :

F0 :Formulasi tanpa ekstrak etanol kulit lemon dan sari mentimun.

F1 :Formulasi dengan ekstrak etanol kulit lemon 5% dan sari mentimun 5%.

F2 :Formulasi dengan ekstrak etanol kulit lemon 6% dan sari mentimun 4%.

F3 :Formulasi dengan ekstrak etanol kulit lemon 7% dan sari mentimun 3%

3.4.8 Pembuatan Sediaan *Lip Gel*

Menyusun terlebih dahulu alat dan bahan yang akan digunakan. Kemudian, timbang ekstrak kulit lemon dan sari mentimun sesuai bahan yang dibutuhkan. Pembuatan gel dilakukan dengan cara memasukkan gelling agent (HPMC) ke dalam mortar yang diberi aquadest panas, menunggu hingga mengembang, kemudian digerus hingga terbentuk massa yang homogen.

Tambahkan gliserin, ekstrak dan sari mentimun ke dalam mortar yang berisi campuran gel dan gerus hingga homogen. Larutkan metil paraben dalam aquadest panas dan masukkan ke dalam mortar bersama dengan massa gel. Tambahkan oleum citri secukupnya dan aduk hingga terbentuk massa yang homogen. Kemudian masukkan ke wadah yang sudah disiapkan (Wiyono *et al.*, 2020).

3.4.9 Evaluasi Sediaan *Lip Gel*

1. Organoleptis

Pengamatan dilakukan dengan mengamati bentuk, warna, dan bau formulasi gel (Nurlely *et al.*, 2021).

2. Homogenitas

Sebanyak 1,0 gr sediaan gel dioleskan pada kaca objek dan diamati apabila terdapat bagian yang tidak tercampurkan dengan baik. Sediaan gel yang baik harus homogen tanpa adanya butiran yang kasar (Nurlely *et al.*, 2021).

3. Uji Daya Sebar

Uji daya sebar dilakukan untuk mengetahui kemampuan gel menyebar ke permukaan kulit. Gel ditimbang sebanyak 0,5 gram, kemudian diletakkan pada dua gelas objek, kemudian diletakkan beban pemberat 100 gram dan 200 gram, diamkan selama 1 menit, kemudian dicatat diameter gel yang mengembang. Gel dapat meregang dengan baik pada kisaran diameter 5–7 cm (Nailul & Nisa, 2023).

4. Uji Daya Lekat

Uji daya lekat dilakukan untuk mengetahui kemampuan melekat suatu gel ketika diaplikasikan pada kulit dan untuk mempengaruhi proses penghantaran obat melalui kulit. Gel dioleskan pada kaca objek dan ditutup selama 5 menit dengan beban 1 kg, kemudian diletakkan beban 80 gr pada alat uji, diukur waktu yang diperlukan hingga rekatan pada objek kaca terlepas (Nailul & Nisa, 2023). Parameter daya lekat gel yang baik adalah ≥ 4 detik (Kharisma & Safitri, 2020).

5. Uji pH

Uji pH dilakukan dengan menggunakan kertas pH universal yang direndam dalam sampel gel yang diencerkan. Perubahan warna yang terjadi disesuaikan dengan standar pH universal (Nailul & Nisa, 2023). pH sediaan dikatakan memenuhi syarat jika berada pada rentang pH suatu sediaan topikal yaitu 4,5-6,5 (Abadi *et al.*, 2024)

6. Viskositas

Pengujian viskositas dilakukan dengan menggunakan viskometer brookfield dengan cara menuangkan sampel ke dalam gelas ukur 50 mL. Kecepatan pengoperasian yang digunakan yaitu 60 rpm (Hastuti *et al.*, 2020). Nilai viskositas sediaan gel yang baik yaitu 500-10000 mPa.s (Nisa *et al.*, 2022).

7. *Cycling Test*

Pengujian stabilitas formulasi gel menggunakan metode penyimpanan dipercepat (*cycling test*) dengan alat climatic chamber untuk diamati adanya perubahan fisik organoleptis, homogenitas dan pH serta sineresis pada sediaan. Sineresis yaitu proses keluarnya air dari gel. Gel akan mengerut sehingga air keluar dari dalam gel. Sampel gel disimpan dalam dua kondisi berbeda, yaitu pada suhu 4°C dan 40°C, dengan kelembapan 5% dan 75% RH. Proses evaluasi ini bertujuan untuk menilai kestabilan fisik dan kimia sediaan gel dalam kondisi yang dirancang untuk mempercepat perubahan yang mungkin terjadi selama penyimpanan normal (Ida *et al.*, 2016).

Uji cycling test ini dilakukan sebanyak 6 siklus selama 12 hari. Sediaan gel disimpan pada suhu $\pm 4^{\circ}\text{C}$ selama 24 jam suhu $\pm 40^{\circ}\text{C}$ selama 24 jam, proses ini dihitung 1 siklus (Sukartiningsih *et al.*, 2019).

3.4.10 Uji Efektifitas Kelembapan

Uji kelembapan dilakukan pada 12 panelis yang dibagi ke dalam empat kelompok, yaitu F0 (basis), F1, F2, dan F3. Kriteria inklusi panelis mencakup wanita dengan kondisi sehat, berusia 20–25 tahun, tidak memiliki riwayat penyakit yang berkaitan dengan alergi kulit, dan memiliki kategori kelembapan kulit yang kering ($\leq 45\%$) serta bersedia berpartisipasi dengan mengisi formulir kesediaan sebagai panelis. Uji kelembapan *lip gel* dilakukan

dengan mengoleskan sediaan pada lokasi yang sama yaitu lengan bawah panelis sebanyak dua kali sehari, yaitu setiap pagi dan malam, selama enam hari. Efektivitas pelembap dinilai berdasarkan peningkatan persentase kelembapan, yang dihitung dari selisih nilai kelembapan sebelum dan sesudah penggunaan sediaan selama enam hari (Abadi *et al.*, 2024).

Kategori parameter kelembapan dapat diklasifikasikan sebagai berikut: kering (0%–45%), normal atau lembap (46%–55%), dan sangat lembap (56%–100%) (Ambari *et al.*, 2020).

3.4.11 Uji Kesukaan (*Hedonic test*)

Uji kesukaan (*hedonic test*) dalam penelitian ini dilakukan secara visual menggunakan seorang panelis yang memiliki kepekaan tinggi terhadap produk. Pengujian ini mencakup penilaian terhadap kesukaan warna, tekstur, dan aroma yang dihasilkan dari empat formula yang dibuat. Uji kesukaan diikuti oleh 10 panelis yang memberikan skala penilaian berupa angka: panelis menuliskan angka 1 untuk sangat tidak suka, angka 2 untuk tidak suka, angka 3 untuk netral, angka 4 untuk suka, dan angka 5 untuk sangat suka (Wirata & Endriyanto, 2024).

Kriteria inklusi untuk panelis dalam penelitian ini meliputi kesiediaan untuk berpartisipasi sebagai panelis, tidak sedang merokok, tidak memakai parfum saat pengujian, serta memiliki kondisi kesehatan rohani dan jasmani yang baik, seperti tidak

mengalami gangguan penciuman, gangguan psikis, atau buta warna (Mayangsari *et al.*, 2022).

3.5 Analisis Data

Data hasil penelitian formulasi dianalisis menggunakan program SPSS (*Statistical Product and Service Solution*). Jika data hasil penelitian menunjukkan distribusi normal dan homogen, analisis dilanjutkan dengan uji One-Way ANOVA (Analisis Varian Satu Arah) untuk menentukan perbedaan rata-rata antar kelompok. Apabila ditemukan perbedaan yang signifikan, uji dilanjutkan dengan Post Hoc LSD (*Least Significant Difference*) untuk mengevaluasi perbedaan antar perlakuan. Namun, jika data tidak terdistribusi normal dan homogen, analisis dilakukan menggunakan uji Kruskal-Wallis untuk menilai efektivitas kelembapan pada bibir di antara formula yang diuji (Imani, 2022).

