

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Teknologi Sediaan Farmasi Prodi Farmasi S1 Fakultas Ilmu Kesehatan Universitas Bhamada Slawi selama 4 bulan yaitu bulan Desember s/d Februari 2025.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat Penelitian

Alat yang digunakan pada penelitian ini meliputi pipet tetes, pipet ukur (*pyrex*), sendok tanduk, peralatan gelas (*pyrex*), blender, mortar dan stamper, tabung reaksi (*pyrex*), timbangan analitik, kompor, penangas air, cawan porselin, camber, kain flanel, batang pengaduk, kaca preparete, objek glass, kertas perkamen, penjepit tabung, kertas pH, thermometer, beaker glass (*pyrex*), oven, rotary evaporator, sudip dan wadah lip balm.

3.2.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian adalah labu kuning (*Cucurbita moschata* D), wortel (*Daucus carota* L), lanolin, cera alba, gliserin, nipagin, oleum cacao, dan etanol 70%.

3.3 Rancangan Penelitian

3.3.1 Variabel Bebas

Variabel bebas pada penelitian ini adalah variasi konsentrasi ekstrak labu kuning (*Cucurbita moschata* D) dan ekstrak wortel (*Daucus carota* L) pada sediaan *lip balm*.

3.3.2 Variabel Terikat

Variabel terikat adalah variabel yang di pengaruhi karena adanya variabel bebas meliputi uji organoleptis, uji homogenitas, uji pH, uji titik leleh, uji daya sebar, uji daya lekat, uji daya oles dan uji kelembapan.

3.3.3 Variabel Terkontrol

Variabel terkontrol yang digunakan yaitu metode maserasi ekstrak etanol labu kuning (*Cucurbita moschata* L), dan ekstrak etanol wortel (*Daucus carota* L) serta cara pembuatan sediaan *lip balm*.

3.4 Prosedur Penelitian

Penelitian ini dilakukan serangkaian kegiatan yang dilaksanakan peneliti secara teratur dan sistematis untuk mencapai tujuan dari penelitian. Adapun tahapan prosedur penelitian ini meliputi:

3.4.1 Pengambilan Sampel

Sampel yang digunakan adalah labu kuning (*Cucurbita moschata* D) yang diperoleh dari Desa Rembul, Kecamatan Bojong, Kabupaten Tegal. Pemilihan labu kuning dipilih yang berkualitas baik berwarna oranye pekat. Sampel yang kedua yaitu Wortel (*Daucus carota* L) yang diperoleh

dari Desa Rembul, Kecamatan Bojong, Kabupaten Tegal. Pemilihan wortel dipilih yang berkualitas baik berwarna oranye cerah serta warna merata.

3.4.2 Determinasi Tanaman

Determinasi tanaman dilakukan untuk memastikan keberadaan tanaman yang digunakan dalam penelitian ini. Determinasi dilakukan di Laboratorium Bahan Alam I Iasi Fakultas Ilmu Kesehatan Program Studi Farmasi S1 Universitas Bhamada Slawi.

3.4.3 Pembuatan Ekstrak Labu Kuning

Pembuatan ekstrak labu kuning pertama pisahkan kulit dan biji labu kuning untuk diambil daging buah labu kuning, dicuci bersih, kemudian dirajang dan dikeringkan dengan cara dioven dengan suhu 45-50°C hingga kering, setelah itu dihaluskan dengan menggunakan blender. Proses selanjutnya adalah maserasi dengan perbandingan 1:3 menggunakan pelarut etanol 70% sebanyak 3000 mL dilakukan selama 24 jam. Maserat buah labu kuning disaring menggunakan kain flanel, penyaringan dilakukan 2 kali pengulangan. Selanjutnya filtrat hasil penyaringan dipekatkan menggunakan rotary evaporator hingga terbentuk ekstrak kental. Hasil randemen yang di dapat pada sebelumnya adalah 14,29 % (Utami et al., 2021). Ekstrak kental yang diperoleh kemudian ditimbang dan dihitung hasil randemen ekstrak etanol labu kuning dengan rumus:

$$\% \text{ randemen} = \frac{\text{Jumlah berat ekstrak}}{\text{Jumlah bobot simplisa}} \times 100\%$$

3.4.4 Pembuatan Ekstrak Wortel

Umbi wortel yang diperoleh dipisahkan dari kulitnya, dicuci, diiris kemudian dikeringkan di dalam lemari pengering pada suhu 50°C selama ± 17 jam. Pengeringan bertujuan untuk mengurangi kadar air sehingga didapatkan simplisia yang tidak mudah rusak. Selanjutnya dilakukan pengecilan ukuran simplisia menggunakan *blender* kemudian diayak menggunakan mesh ukuran 60. Maserasi dilakukan menggunakan perbandingan 1:4 dengan pelarut etanol 70% sebanyak 1236 mL. Lama ekstraksi dilakukan selama 2 hari. Tahap selanjutnya, dilakukan penguapan pelarut menggunakan rotary evaporator. Lama penguapan 75 menit pada suhu 50 °C sampai menjadi ekstrak kental. Hasil randemen pada pembuatan sebelumnya di dapat 0,4% (Sun, 2024). Ekstrak kental yang diperoleh kemudian ditimbang dan dihitung hasil randemen ekstrak wortel dengan rumus:

$$\% \text{ randemen} = \frac{\text{Bobot ekstrak kental}}{\text{Bobot awal simplisa}} \times 100\%$$

3.4.5 Skrining Fitokimia

3.4.5.1 Identifikasi Flavonoid

Sebanyak 1 gram ekstrak kental dimasukkan kedalam tabung reaksi kemudian ditambahkan HCl pekat lalu dipanaskan dengan waktu 15 menit diatas penangas air. Apabila terbentuk warna merah atau kuning berarti positif flavonoid (flavon, kalkon dan auron) (Hendrawati, 2017).

3.4.5.2 Identifikasi Alkaloid

Ekstrak ditambahkan pelarut yang sesuai kemudian dilarutkan dalam air suling secukupnya dan 1mL KCl 2N, kemudian dipanaskan diatas penangas air selama 2 menit, lalu dinginkan. Larutan disaring dan filtratnya digunakan sebagai larutan percobaan dalam pengujian.

Sejumlah filtrat pindahkan dalam kaca arloji, ditambahkan 2 tetes bouchardat, hasil positif ditunjukkan dengan adanya endapan coklat hitam. Sejumlah filtrat dipindahkan dalam kaca arloji, ditambahkan 2 tetes mayer, hasil positif ditunjukkan dengan adanya endapan putih atau kuning yang larut dalam methanol P. Sejumlah filtrat dipindahkan pada kaca arloji ditambahkan 2 tetes dragendorf, hasil positif ditunjukkan dengan adanya endapan coklat jingga (Liandhajani, 2024).

3.4.5.3 Identifikasi Saponin

Masing-masing ekstrak ditimbang sebanyak 1 gram, kemudian dilarutkan dalam 100 ml aquadest yang telah dipanaskan. Didihkan sampai 15 menit. Didinginkan lalu disaring. Diambil 5 ml filtrat masukkan kedalam tabung reaksi. Lalu pada ujung tabung reaksi ditutup dengan ibu jari dan dikocok kuat secara vertikal selama 10 detik, amati perubahan yang terjadi setelah didiamkan selama 2 menit. Reaksi positif ditandai dengan terbentuknya buih

atau busa yang mantap setinggi 1-2 cm dan bertahan selama 1 menit atau lebih (Safutri et al., 2022).

3.4.5.4 Identifikasi Tanin

Ekstrak ditambahkan 3 tetes larutan besi (III) klorida. Apabila terbentuk warna biru kehitaman atau hijau kecoklatan, untuk memastikan ada atau tidaknya tanin, sampel ditambahkan gelatin hingga terbentuk endapan putih (Liandhajani, 2024).

3.4.5.5 Identifikasi polifenol

Larutan ekstrak etanol sampel ditambahkan 2 tetes FeCl_3 . Uji positif ditunjukkan dengan terbentuknya warna hijau-biru kehitaman (Wulan Kusumo et al., 2022).

3.4.5.6 Identifikasi Quinon

Tambahkan 3 tetes larutan NaOH 5 % ke dalam tabung reaksi yang berisi larutan ekstrak etanol, kocok tabung reaksi tambahkan 3 tetes larutan HCl 2 N. Kemudian diamati perubahan warnanya. Reaksi positif ditunjukkan dengan terbentuknya warna merah atau kuning menunjukkan adanya quinon (Wulan Kusumo et al., 2022).

3.4.6 Uji Parameter Ekstrak

a. Uji Organoleptis

Pada uji organoleptis dilakukan dengan pengenalan secara fisik dengan mengamati penampilan secara kasat mata seperti aroma, warna, tekstur, dan rasa (Dominica et al., 2023).

b. Susut Pengerinan

Ekstrak serbuk ditimbang 2 gram pada botol timbang dangkal tertutup. Botol ini sebelumnya harus dipanaskan 105⁰ C selama 30 menit dan ditara terlebih dahulu. Selanjutnya, ekstrak diratakan dalam botol timbang dengan menggoyangkannya. Lalu, dalam keadaan tutup botol dibuka, dilakukan pengeringan pada suhu 105⁰ C hingga bobot konstan dengan oven. Setelah itu dilakukan perhitungan kadar air dalam % menggunakan rumus sebagai berikut (Veninda et al., 2023):

$$\% \text{ Susut pengeringan} = \frac{[(\text{bobot awal} - \text{bobot akhir})]}{[(\text{bobot akhir})]} \times 100\%$$

c. Uji Kadar Air

Penentuan kadar air ekstrak dilakukan dengan cara menimbang ekstrak kental sampel yang dihasilkan sebanyak 0,5 gram lalu dimasukkan ke dalam alat *moisture analyzer* (Endriyatno et al., 2024). Kadar air ekstrak sesuai dengan syarat mutu yaitu $\leq 10\%$. Penentuan kadar air dapat mempengaruhi kualitas simplisia dan ekstrak seperti mudah terkontaminasi mikroba dan fisik simplisia menjadi rusak (Wandira et al., 2023).

d. Uji Kadar Abu Total

Ekstrak ditimbang sebanyak 3 gram. Setelah itu, sampel dimasukkan ke krus silikat yang sudah dipijar dan ditara. Sampel kemudian dilakukan pemijaran secara bertahap hingga suhu $800^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$. Abu tersebut kemudian dilakukan pendinginan dan penimbangan sampai bobot konstan. Selanjutnya, dilakukan perhitungan antara kadar abu total terhadap berat badan uji ($\frac{\%b}{b}$). Selanjutnya, dilakukan perhitungan antara kadar abu terhadap berat bahan uji ($\frac{\%b}{b}$) menggunakan rumus sebagai berikut (Veninda et al., 2023):

$$\text{Kadar abu total} = \frac{w_2 - w_0}{w_1} \times 100\%$$

Keterangan: W_0

W_0 = bobot krus kosong (gram)

W_1 = bobot ekstrak awal (gram)

W_2 = bobot krus + ekstrak setelah di abukan (gram)

3.4.7 Formulasi Sediaan Lip Balm

Tabel 3. 1 Sediaan Lip Balm

Bahan	Formulasi (%)					Literatur
	F0	F1	F2	F3	Fungsi	
Ekstrak labu kuning	0	5	6	7	Zat aktif	(Utami et al., 2021)
Ekstrak wortel	0	3	2	1	Zat aktif	(Sun, 2024)
Lanolin	10	10	10	10	Emulient	5-15% (Rowe, 2009)
Cera Alba	20	20	20	20	Emulient	5-25% (Rowe, 2009)
Gliserin	10	10	10	10	Pelembap	0,5-30% (Rowe, 2009)
Nipagin	0,1	0,1	0,1	0,1	Pengawet	0,02-0,3% (Rowe, 2009)
Oleum Cacao	51,9	51,9	51,9	51,9	Pengeras	(Rowe, 2009)

Keterangan:

- F0 : Formulasi tanpa ekstrak wortel dan ekstrak labu kuning
- F1 : Formulasi dengan konsentrasi ekstrak labu kuning 5 % dan ekstrak wortel 3 %
- F2 : Formulasi dengan konsentrasi ekstrak labu kuning 6 % dan ekstrak wortel 2 %
- F3 : Formulasi dengan konsentrasi ekstrak labu kuning 7 % dan ekstrak wortel 1 %

3.4.8 Pembuatan Sediaan Lip Balm Kombinasi Ekstrak wortel (*Daucus carota* L) dan Ekstrak Labu Kuning (*Cucurbita moschata* D)

Menimbang semua bahan yang digunakan sesuai dengan formula yang tertera. Masukkan basis yaitu lemak coklat atau oleum cacao ke dalam cawan dan dilelehkan di atas penangas air sambil diaduk sampai seluruh lemak coklat meleleh sempurna. Suhu lelehnya yaitu sekitar 31-34°C. Cera alba dilelehkan pada suhu 62-64°C, lalu dimasukkan ke dalam lelehan basis tersebut diaduk sampai homogen. Kemudian nipagin, lanolin dan gliserin dimasukkan kedalam lelehan basis sambil terus diaduk. Selanjutnya masukkan ekstrak wortel dan labu kuning diaduk kembali sampai homogen. Terakhir masukkan ke dalam wadah bersih yang sudah disiapkan, lalu dibiarkan pada suhu ruangan sampai sediaan agak mengeras dan sediaan siap dilakukan uji stabilitas fisik (Lukman, 2024).

3.4.9 Evaluasi Sediaan Lip Balm

1. Uji Organoleptis

Pengamatan organoleptis dilakukan dengan mengamati sediaan *lip balm* secara visual dari segi warna, homogenitas dan

tekstur. Proses dilakukan pada setiap penyempelan (Utami et al., 2021).

2. Uji Homogenitas

Uji homogenitas dilakukan dengan menggunakan objek glass. Sejumlah tertentu sediaan jika dioleskan pada sekeping kaca bahan transparan lain yang cocok, *lip balm* harus menunjukkan susunan yang homogen dan tidak terlihat adanya butiran kasar. Apabila terdapat butiran-butiran kasar pada sediaan tersebut maka dapat dikatakan bahwa sediaan tidak homogen (Dominica et al., 2023).

3. Uji pH

Pengukuran nilai pH menggunakan alat pengukur pH atau dengan kertas pH universal yang dicelupkan kedalam sediaan *lip balm* kemudian amati perubahan warna dan cocokkan warna kertas pH universal dengan standar pH universal. Nilai pH yang baik adalah 4,5-6,5 atau sesuai dengan nilai pH kulit manusia (Mamahit et al., 2019).

4. Uji Daya Sebar

Uji daya sebar dilakukan dengan mengambil 0,5 g *lip balm* kemudian masukkan ke dalam timbangan kaca berbentuk bulat dengan beban 50 g, 100 g, 150 g dan 200 g. Tempatkan gelas bundar lain atau bahan sederhana lainnya dan isi di atas *lip balm* dan biarkan selama 1 menit. Diameter penyebaran kemudian harus dicatat. Daya sebar *lip balm* yang bagus antara 5-7 cm (Mile et al., 2024).

5. Uji Daya Oles

Uji ini dilakukan dengan cara mengoleskan sediaan *lip balm* sebanyak 3 kali ke punggung tangan untuk mengamati tingkat daya oles sediaan. Sediaan *lip balm* mempunyai daya oles yang baik, jika warna yang menempel pada kulit banyak dan merata (Ghiffari et al., 2024).

6. Uji Daya Lekat

Uji daya lekat dilakukan dengan cara mengoleskan lip balm sebanyak 0,5 gram di antara kedua kaca objek. Kedua kaca objek ditempelkan sampai menyatu. Kemudian diletakkan dengan beban seberat 1 kg selama 5 menit setelah itu kaca objek dipasang pada alat uji dan beban diangkat dari gelas objek, lalu dilepaskan dengan beban seberat 80 g dan dicatat waktunya hingga kedua kaca objek tersebut terlepas. Replikasi dilakukan sebanyak 3 kali (Pawestri Ardhana et al., 2024).

7. Uji Stabilitas

Cycling Test adalah Sediaan *lip balm* disimpan pada suhu ($4^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$) selama 24 jam, kemudian dipindahkan ke dalam oven yang bersuhu ($40^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$) selama 24 jam (satu siklus). Uji ini dilakukan sebanyak 6 siklus atau selama 12 hari kemudian diamati terjadi perubahan (Utami et al., 2021).

3.5 Analisis Data

Metode analisis data dalam penelitian formulasi dan uji stabilitas fisik sediaan lip balm kombinasi ekstrak wortel (*Daucus carota* L) dan labu kuning

(*Cucurbita moschata* D) sebagai pelembap dan pewarna alami menggunakan SPSS 29 for windows menggunakan uji *Multivariate Repeated ANOVA* pada Uji daya sebar dan daya lekat sebelum dan sesudah stabilitas yang akan dianalisis di SPSS untuk mengetahui apakah ada perubahan signifikan pada karakteristik fisik *lip balm* setelah penyimpanan atau perlakuan stabilitas.

3.6 Prosedur Penelitian

Di bawah ini adalah bagan prosedur penelitian

Bagan 3. 1 Bagan prosedur penelitian



