

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Rancangan dan Jenis Penelitian

Jenis penelitian yang akan dilakukan adalah penelitian eksperimental yang dilakukan di laboratorium. Dengan melakukan ekstraksi pada sampel, yaitu metode maserasi terhadap 2 sampel simplisia dan tumbuhan segar. Penggunaan ekstrak tumbuhan Kelakai yang diformulasikan sebagai pewarna alami pada pembuatan sediaan lipstik, dan dilakukan uji evaluasi pada sediaan untuk mengetahui karakteristiknya.

3.2 Waktu dan Tempat Penelitian

3.2.1 Waktu Penelitian

Penelitian akan dilaksanakan pada bulan Desember 2023 sampai dengan Februari 2024.

3.2.2 Tempat Penelitian

Tempat penelitian adalah Laboratorium Bahan Alam, Laboratorium Teknologi Farmasi, dan Laboratorium Kimia Universitas Borneo Lestari Banjarbaru.

3.3 Sampel Penelitian

3.3.1 Populasi

Populasi pada penelitian ini adalah tumbuhan kelakai yang diambil dari desa Terusan Mulya, Kecamatan Bataguh, Kabupaten Kapuas, Kalimantan Tengah.

3.3.2 Sampel

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah daun muda berwarna merah dari tumbuhan kelakai yang diperoleh dari desa Terusan Mulya, Kecamatan

Bataguh, Kabupaten Kapuas, Kalimantan tengah.

3.4 Variabel Penelitian

3.4.1 Variabel Bebas

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah penggunaan (simplisia dan tanaman segar) daun kelakai muda (*Stenochlaena palustris (Burm. F) Bedd*), formulasi sediaan lipstik, serta metode ekstraksi yang digunakan.

1.4.2 Variabel Terikat

Variabel terikat dalam penelitian ini adalah warna dan karakteristik fisik sediaan lipstik menggunakan ekstrak tumbuhan kelakai sebagai pewarna alami.

3.5 Alat dan Bahan

3.5.1 Alat

Blender (*PHILIPS*), pH meter, Mesh ukuran 40, bejana maserasi, *rotary evaporator (IKA®)*, timbangan analik (*OHAOUS®*), Spektrofotometer UV-Vis, dan *water bath (Mammert WTB)*.

3.5.2 Bahan

Tumbuhan Kelakai, etanol 96%, asam sitrat, *BeesWax*, Lemak coklat, Parafin, dan Minyak Jarak, tokoferol, Metil paraben, propil paraben, oleum rosae.

3.5.3 Formulasi Pembuatan Lipstik

Tabel 3.1 Formulasi Sediaan Lipstik Ekstrak Simplisia Tumbuhan Kelakai (*Stenochlaena palustris (Burm. F) Bedd*) dalam bobot 5g.

Komposisi	Formulasi (%)				Fungsi
	F1	F2	F3	F4*	
Ekstrak Tumbuhan Kelakai	20	25	30	35	Pewarna
<i>Beeswax</i>	35	35	20	20	Bemberi bentuk dan basis lemak
Lemak Coklat	8	8	8	8	Meningkatkan dispersi
Parafin	20	20	20	20	Meningkatkan kehalusan
Minyak Jarak	15	15	15	15	Pendispersi zat warna
Tokoferol	0.5	0.5	0.5	0.5	Antioksidan
Propil Paraben	0.4	0.4	0.4	0.4	Pengawet
Oleum. Rosae	q.s	q.s	q.s	q.s	Pemberi Aroma
Cetaceum	add 100%				Pengisi

* Ekstrak tumbuhan kelakai muda tanpa ditambahkan asam sitrat.

Tabel 3.1 Formulasi Sediaan Lipstik Ekstrak Tumbuhan Segar Kelakai (*Stenochlaena palustris* (Burm. F) Bedd) dalam bobot 5g.

Komposisi	Formulasi (%)				Fungsi
	F1	F2	F3	F4*	
Ekstrak Tumbuhan Kelakai	20	25	30	35	Pewarna
<i>Beeswax</i>	35	35	35	35	Bemberi bentuk dan basis lemak
Lemak Coklat	8	8	8	8	Meningkatkan dispersi
Parafin	20	20	20	20	Meningkatkan kehalusan
Minyak Jarak	15	15	15	15	Pendispersi zat warna
Tokoferol	0.5	0.5	0.5	0.5	Antioksidan
Propil Paraben	0.4	0.4	0.4	0.4	Pengawet
Oleum. Rosae	q.s	q.s	q.s	q.s	Pemberi Aroma
Cetaceum		add 100%			Pengisi

* Ekstrak tumbuhan kelakai muda tanpa ditambahkan asam sitrat.

3.5.3 Determinasi

Determinasi tanaman merupakan proses dalam menentukan nama/jenis tumbuhan secara spesifik. Determinasi tanaman dilakukan di Laboratorium FMIPA Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lambung Mangkurat.

1.6 Prosedur Kerja

1.6.1 Pembuatan Simplisia Tumbuhan Kelakai

Pengambilan sampel dilakukan dengan cara memilih daun kelakai muda yang sehat dan berwarna merah. Sampel yang telah dikumpulkan kemudian dilakukan sortasi basah. Sampel yang telah dilakukan sortasi basah kemudian di cuci menggunakan air mengalir dan diangin anginkan beberapa saat sampai kadar air sisa pencucian berkurang, selanjutnya timbang sebanyak 1 kg sampel. Lakukan prosesi pengeringan dengan wadah yang mempunyai dasar yang berlubang-lubang seperti anyaman bambu bertujuan agar aliran udara dari atas ke bawah atau sebaliknya berjalan lancar (Handoyo *et al.*, 2020).

Tutup bagian atas sampel menggunakan kain hitam kemudian

tempatkan dibawah sinar matahari. Pengeringan menggunakan sinar matahari dengan ditutupi kain hitam dilakukan selama 48 jam atau lebih, tergantung dari keadaan cuaca (Handoyo *et al.*, 2020). Suhu pengeringan dengan sinar matahari pada pukul 8 sampai dengan 11 berkisar antara 26-40°C (Dharma *et al.*, 2020).

1.6.2 Pembuatan ekstraksi (Simplisia dan tanaman segar)

Sampel (Simplisia dan tumbuhan segar) di blender hingga halus, kemudian di maserasi dengan pelarut etanol 96% dan asam sitrat dengan masing-masing perbandingan (1:4) selama 24 jam didalam wadah tertutup dan terhindar dari sinar matahari langsung, setiap 6 jam sekali aduk larutan dalam wadah tersebut. Menggunakan pelarut etanol 96%, penggunaan pelarut tersebut didasari dari hasil penelitian agustin (2015), yang menyatakan bahwa ekstraksi menggunakan pelarut etanol 96% dapat menghasikan kadar antosianin maksimum yaitu 48,260 mg/25g. Sementara itu penggunaan asam sitrat sendiri berfungsi untuk membuat suasana asam dalam proses ekstraksi yang bertujuan untuk mempertahankan kation flavilium atau oksonium yang menghasilkan warna semakin banyak dalam pigmen antosianin (Ayun *et al.*, 2022)

Proser berikutnya dilakukan penyaringan, remaserasi dengan pelarut baru, serta pemekatan yaitu menguapkan pelarut dengan *wather bath* pada suhu 40°C hingga diperoleh ekstrak pigmen kental (Rifkowaty *et al.*, 2016).

$$\text{Rendemen (\% b/b)} = \frac{\text{Berat Ekstrak Kering (g)}}{\text{Berat Sampel Awal (g)}} \times 100\% \quad (\text{Sayuti, 2017})$$

1.6.3 Pembuatan Lipstik

Masukan *BeesWax* kedalam cawan, tambahkan parafin dan lemak coklat. Campuran kemudian di lebur di atas air dengan tempratur 85°C yang disebut (Masa 1). Rendam lumpang dengan air panas, ± 10-15 menit, kemudian lumpang dikeringkan dan dilapisi dengan sedikit minyak jarak sampai menutupi

permukaan bagian dalam lumpang. Tambahkan ekstrak daun kelakai muda, aduk hingga homogen. Tambahkan minyak jarak sesuai formula, campur hingga homogen (Masa 2). Masa 1 yang telah melebur ditambahkan ke masa 2, aduk hingga homogen sampai mulai mengental. Segera tuangkan campuran kedalam cetakan lipstik dan dinginkan, biarkan hingga membeku (Siregar *et al.*, 2014).

1.7 Uji Evaluasi

1.7.1 Uji Organoleptis

Pengujian organoleptik dilakukan secara visual, dengan cara mengamati sediaan lipstik yang meliputi bentuk, bau hingga warna (Athallah *et al.*, 2023). Karena sifatnya yang subjektif, maka pada penelitian kali ini kami menggunakan 5 orang penguji yang akan menilai berbagai karakteristik dari sediaan lipstik tersebut yang akan dikemas dalam bentuk tabel perbandingan.

1.7.2 Uji Titik Lebur

Uji titik lebur dilakukan dengan menggunakan oven dengan suhu 50° C selama 15 menit kemudian suhu dinaikkan 1°C per 15 menit hingga sediaan lipstik meleleh (Athallah *et al.*, 2023). Lipstik yang baik seharusnya memiliki titik leleh lebih tinggi atau sama dengan 50°C selama 15 menit (Umami *et al.*, 2019).

1.7.3 Uji Oles

Pengamatan uji oles dilakukan untuk mengetahui kemampuan oles sediaan saat diaplikasikan pada kulit. Uji oles dilakukan dengan cara mengoleskan lipstik 5 kali pada kulit punggung tangan kemudian mengamati banyaknya warna yang menempel. Jika warna yang menempel pada kulit punggung tangan banyak dan merata dikatakan sediaan lipstik mempunyai daya oles yang baik (Yogaswara *et al.*, 2015).

1.7.4 Uji pH

Pengukuran pH dilakukan dengan cara mengambil secukupnya sampel sediaan, larutkan dengan aquades dan lakukan pengukuran menggunakan pH meter. Uji ini bertujuan untuk mengetahui kestabilan sediaan dan mengetahui derajat keasaman atau kebasaan agar sediaan aman untuk digunakan pada kulit manusia. Sesuai standar sediaan lipstik yang baik, pH fisiologi kulit manusia yaitu 4,5 – 6,5 (Athallah *et al.*, 2023).

1.7.5 Uji Stabilitas

Uji stabilitas disini menggunakan *Cycling test* merupakan pengujian pada dua variasi suhu yaitu suhu dingin 8 C dan suhu 30 C dengan pertimbangan apakah produk akan mengalami perubahan apakah sediaan akan mengalami perubahan karena rentan terhadap fase pemisah dan agregasi pada suhu. *Cycling test* merupakan uji yang berguna sebagai simulasi apabila terjadi perubahan suhu setiap tahun bahkan setiap hari Uji *cyling test* dilakukan pada suhu dengan interval waktu tertentu sehingga akan mengalami tekanan yang bervariasi (Rosita *et al.*, 2015). *Cyling test* dilakukan dalam 3 siklus dalam 6 hari yaitu, pada 24 jam pertama tempatkan sediaan pada suhu ruang kemudian 24 jam berikutnya tempatkan sediaan di suhu dingin, amati perubahan yang terjadi sampai hari ke 6.

1.7.6 Uji Kualitatif Antosianin

Pembuktian keberadaan antosianin dapat dilakukan dengan cara yang sederhana. Cara yang pertama adalah sampel dipanaskan dengan HCL 2M selama 2 menit pada suhu 100 C, kemudian diamati warna sampel. Apabila warna merah pada sampel tidak berubah (mantap), maka menunjukkan adanya antosianin. Cara kedua dengan menambahkan sampel dengan NaOH 2M tetes

demi tetes. Apabila warna merah berubah menjadi hijau biru dan memudar perlahan maka menunjukkan adanya antosianin (Anggriani *et al.*, 2017).

1.8 Analisis Data

Analisis data hasil dari setiap uji evaluasi sediaan disajikan dalam bentuk tabel, meliputi uji organoleptik, uji titik lebur, uji pH dan uji oles. Hasil evaluasi setiap uji dianalisis menggunakan metode uji parametik *One Way Anova* dan *T-test* menggunakan aplikasi SPSS dalam melihat perbedaan setiap hasil uji.

3.9 Kerangka Operasional



