

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1. Rancangan Penelitian**

Rancangan penelitian ini termasuk ke dalam penelitian eksperimental dengan melakukan formulasi sediaan *Lip balm* menggunakan liofilisat daging buah naga (*Hylocereus polyrhizus*). Berdasarkan variasi konsentrasi Pengeras *Beeswax white* dan Emolien VCO.

#### **3.2. Waktu dan Tempat Penelitian**

##### **3.2.1. Lokasi Penelitian**

Lokasi yang digunakan pada penelitian ini adalah :

1. Laboratorium Teknologi Farmasi Universitas Borneo Lestari, Banjarbaru, Kalimantan Selatan. Pelaksanakan pembuatan dan uji sediaan *Lip balm* liofilisat buah naga (*Hylocereus polyrhizus*).
2. Laboratorium Teknologi Sediaan Farmasi, Universitas Airlangga, Surabaya, Jawa Timur. Pelaksanaan preparasi sampel dan pelaksanaan *Freeza dry* liofilisat buah naga (*Hylocereus polyrhizus*).

##### **3.2.2. Waktu Penelitian**

Penelitian ini akan dilaksanakan dari bulan Februari – Juni 2024.

### **3.3. Sampel Penelitian**

Sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah daging buah naga (*Hylocereus polyrhizus*). Buah naga dipilih yang telah matang diambil dari penjual buah yang berada di kota Banjarbaru hasil panen di kebun penjual yang berada di Pelaihari. Buah naga dipanen apabila buah berwarna merah jambu, sisik berwarna hijau kekuningan. Buah naga yang masih segar ditandai dengan buah yang masih keras dan ada kilapan pada kulit buah naga. Rata-rata berat satu buah naga yang sudah masak akan mencapai 300 gram hingga 500 gram (Winarsih, 2019).

### **3.4. Variabel Penelitian**

#### **3.4.1. Variabel Bebas**

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah variasi konsentrasi *Beeswax white* sebagai Pengeras dan VCO sebagai Emolien yang diformulasikan dalam sediaan *Lip balm* liofilisat buah naga (*Hylocereus polyrhizus*).

#### **3.4.2. Variabel Terikat**

Variabel terikat dalam penelitian ini adalah hasil uji karakteristik fisik sediaan *Lip balm* liofilisat buah naga (*Hylocereus polyrhizus*) yang meliputi organoleptis dan homogenitas, pH, daya sebar, daya lekat, suhu titik leleh, dan stabilitas dengan metode *Cycling test* dengan mengamati kembali organoleptis dan

homogenitas, pH, daya sebar, daya lekat, suhu titik leleh dan uji kelembapan dari sediaan *Lip balm*.

### **3.5. Alat dan Bahan**

#### **3.5.1. Alat**

Alat-alat yang akan digunakan dalam penelitian antara lain gelas ukur (*Pyrex*®), tabung reaksi, batang pengaduk, cawan porselin, pipet tetes, kaca arloji, timbangan analitik (*Fujitsu*®), mortir, stamper, *Freeze dryer*, *blender*, Penangas air (*Memmart*), lemari pendingin (*Sharp*), pH meter (*Hanna*), termometer, wadah sediaan *Lip balm*.

#### **3.5.2. Bahan**

Bahan-bahan yang akan digunakan dalam penelitian antara lain serbuk buah naga merah, VCO, *Beeswax white*, gliserin, propil paraben (nipasol), vaselin album, oleum cacao, HCL pekat 2%, reagen mayer, dan dragendrof.

### **3.6. Prosedur Penelitian**

#### **3.6.1. Pengambilan Tanaman**

Pengambilan buah naga (*Hylocereus polyrhizus*) dilakukan secara *Purposive* sampling dimana sampel dipilih dari penjual buah yang berada di kota Banjarbaru hasil panen dari Pelaihari. Sampel yang akan digunakan adalah daging buah naga.

### 3.6.2. Determinasi Tanaman

Determinasi tanaman dilakukan di Laboratorium Dasar MMB (Materia Medika Batu) Malang, Jawa Timur. Determinasi dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui kebenaran tanaman yang akan diteliti dan menghindari kesalahan dalam pengumpulan bahan serta menghindari kemungkinan tercampurnya dengan tanaman lain (Klau & Hesturini, 2021).

### 3.6.3. Pengolahan Liofilisat Buah Naga Merah (*Hylocereus polyrhizus*)

Sampel yang akan digunakan pada sediaan ini adalah daging buah naga merah yang akan dilakukan pengeringan menggunakan *Freeze drying* agar buah tetap segar. Buah naga merah segar sebanyak 3 kg, disortir dan dibersihkan, pisahkan daging dengan kulit buah, haluskan daging buah naga merah segar menggunakan blender selama 15 detik. Sari yang terkumpul disaring menggunakan kain flanel kemudian dilakukan *Freeze drying* menggunakan alat *Freeze dryer* (Rahmiati *et al.*, 2023).

### 3.6.4. Skrining Fitokimia

#### 1. Uji Flavonoid

Identifikasi pada uji flavonoid pada liofilisat buah naga (*Hylocereus polyrhizus*) dilakukan dengan mengambil 5 ml kemudian masukkan kedalam tabung reaksi, tambahkan 0,5

gram magnesium dan 3 tetes HCL pekat. Setelah itu tambahkan amil alkohol kemudian di kocok dan diamkan hingga terjadi pemisahan. Liofilisat daging buah naga akan dinyatakan positif apabila hasil reaksi terjadi perubahan warna kuning, jingga dan merah (Fadilla *et al.*, 2023).

## 2. Uji Alkaloid

Identifikasi adanya senyawa alkaloid pada liofilisat buah naga (*Hylocereus polyrhizus*) dilakukan menggunakan tabung reaksi, dimana liofilisat daging buah naga yang sudah dicampurkan dengan aquadest sebanyak 10 ml ditambahkan dengan 1 ml HCl 2% dan larutan dibagi pada tiga tabung. Tabung I teteskan 2-3 reagen dragendrof, tabung II teteskan 2-3 reagen mayer, dan tabung III teteskan 2-3 reagen wagner. Perhatikan hasil yang keluar apabila pada tabung I terjadinya endapan jingga kemerahan, tabung II terjadi endapan kekuningan atau endapan putih, dan tabung III terjadi endapan coklat maka liofilisat daging buah naga yang dihasilkan positif mengandung alkaloid (Fadilla *et al.*, 2023).

### 3.6.5. Formulasi *Lip Balm* Liofilisat Buah Naga (*Hylocereus polyrhizus*)

Formulasi sediaan *Lip balm* dapat dilihat pada Tabel 1. Penentuan variasi konsentrasi *Beeswax white* sebagai Pengeras dan VCO sebagai Emolien.

**Tabel 1.** Formula *Lip Balm* Liofilisat Buah Naga (*Hylocereus polyrhizus*)  
Konsentrasi (%)

Bahan	F1	F2	F3	F4	F5	F6	Fungsi
Liofilisat Daging							
Buah Naga ( <i>Hylocereus polyrhizus</i> )	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	Zat aktif
<i>Beeswax white</i>	8	11	13	7	9	11	Pengeras
VCO	4	10	10	11	12	12	Emolien
<i>Oleum Cacao</i>	2,65	2,65	2,65	2,65	2,65	2,65	Lemak
Gliserin	10	10	10	10	10	10	Humektan
Nipasol	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	Pengawet
Vaselin Add	50	50	50	50	50	50	Basis

(Formulasi sediaan *Lip balm* menurut Dominica *et al.*, 2023 dan dilakukan modifikasi)

### 3.6.6. Pembuatan *Lip Balm*

Tahapan pembuatan dilakukan secara bertahap yaitu awal-awal ditimbang semua bahan dasar sediaan *Lip balm* sesuai takaran. Lelehkan terlebih dahulu *Beeswax*, Vaselin, dan *Oleum Cacao* dalam satu mortir sebagai basis. Panaskan menggunakan *Water bath* hingga leleh pada suhu 70-80°C. Siapkan cawan penguap (I) masukkan Gliserin panaskan pada suhu 50-60°C.

Kemudian tambahkan Nipasol dan Liofilisat Buah Naga, gerus hingga tercampur. Panaskan kembali campuran pada cawan penguap pada suhu 50-60°C. Siapkan VCO pada cawan penguap (II), panaskan pada suhu 50-60°C. Masukkan campuran cawan penguap I kedalam campuran mortir yang sudah meleleh sambil di gerus cepat. Tambahkan VCO sambil terus digerus cepat tanpa berhenti. Pastikan semua sudah tercampur, masukkan hasil sediaan kedalam wadah *Lip balm*.

### **3.6.7. Evaluasi Mutu Fisik *Lip Balm***

Evaluasi mutu fisik sediaan *Lip balm* liofilisat buah naga (*Hylocereus polyrhizus*) yang dilakukan meliputi uji karakteristik fisik dan uji stabilitas *Lip balm* sebagai berikut:

#### 1. Uji Organoleptis

Pengamatan sediaan *Lip balm* dilakukan dengan cara mengamati secara visual dari segi warna, aroma, dan tekstur. Hasil yang diinginkan yaitu sediaan tidak berubah warna, bentuk, tidak berbau tengik dan bertekstur lembut saat disimpan (Sarwanda *et al.*, 2021).

#### 2. Uji Homogenitas

Uji homogenitas dilakukan pemeriksaan dengan gelas objek, kemudiaan diamati homogen atau tidaknya ditandai ada tidaknya butiran-butiran kasar. Karena sediaan *Lip balm*

harus homogen dan bebas dari partikel yang menggumpal serta tidak ada butiran kasar (Sarwanda *et al.*, 2021).

### 3. Uji pH

Pengukuran pH sediaan *Lip balm* dilakukan untuk melihat tingkat keasaman dan menjamin tidak menyebabkan iritasi pada bibir. Pengujian ini menggunakan alat pH meter digital. Sambil diambil sebanyak 5 gram dipanaskan diatas penangas air hingga meleleh. Pengukuran pH replikasi sebanyak 3 kali pengulangan. pH sediaan akan disebut memenuhi syarat apabila berada pada rentang pH bibir yaitu 4,5 – 6,5 (Sarwanda *et al.*, 2021). Sedangkan menurut SNI 16-4399 (1996) syarat pH pada sediaan *Lip balm* adalah 4,5 – 8,0.

### 4. Uji Daya Sebar

Pengujian daya sebar dilakukan untuk melihat kemudahan saat digunakan dan tersebar di permukaan bibir. Sediaan ditimbang sebanyak 1 gram diletakkan ditengah-tengah kaca bening, ditutup dengan kaca yang lain, biarkan selama 1 menit, kemudian ukur diameternya. Uji daya sebar replikasi sebanyak 3 kali dengan cara yang sama dengan penambahan beban secara berkala setiap 1 menit (50 g, 100 g, 150 g, 200 g). Syarat nilai daya sebar sediaan *Lip balm* yang baik adalah 5 – 7 cm (Ambari *et al.*, 2020).

#### 5. Uji Daya Lekat

Sampel pada sediaan *Lip balm* diambil 0,5 gram, letakkan diatas gelas objek. Kedua gelas objek ditempelkan sampai menyatu. Kemudian beri beban 1 kg selama 5 menit setelah itu dilepaskan, lalu beri beban 80 gram dan dicatat waktunya hingga kedua gelas obyek tersebut terlepas. Replikasi sebanyak 3 kali. Syarat *Lip balm* yang baik apabila semakin lama waktu yang diperlukan hingga kedua *Objek glass* terlepas, maka semakin baik daya lekat *Lip balm* tersebut. Semakin lama *Lip balm* melekat pada kulit, maka efek yang ditimbulkan juga semakin besar. Waktu yang diperlukan hingga kaca objek terlepas lebih dari 4 detik (Ambari *et al.*, 2020).

#### 6. Uji Suhu Titik Leleh

Pengujian dilakukan menggunakan 1 gram sediaan *Lip balm*, kemudian dipanaskan pada penangas air hingga meleleh. Suhu sediaan diukur menggunakan *Thermometer* dengan pengamatan secara manual. Pengujian ini dilakukan replikasi 3 kali. Pengujian uji suhu titik leleh bertujuan untuk mengetahui suhu titik leleh sediaan *Lip balm*, suhu titik lebur yang baik direntang 50-70°C (Desnita *et al.*, 2022). Sedangkan menurut SNI 16-4769 (1998) syarat titik leleh *Lip balm* adalah 50-70°C.

## 7. Uji Kelembapan

Uji kelembapan dilakukan dengan cara menggunakan 18 panelis, pengelompokan dibagi menjadi 6 kelompok, yang pertama 3 orang panelis menggunakan F1, 3 orang panelis menggunakan formula F2, 3 orang panelis menggunakan F3, 3 orang panelis menggunakan F4, 3 orang panelis menggunakan formulasi F5, dan 3 orang panelis menggunakan formulasi F6. Kriteria inklusi panelis yaitu wanita berusia 20-25 tahun, sehat, tidak memiliki riwayat penyakit alergi kulit, dan bersedia menjadi panelis engan mengisi formulir ketersediaan sebagai panelis. Uji kelembapan pada sediaan *Lip balm* dilakukan dengan cara mengoleskan sediaan *Lip balm* pada lengan bawah panelis, dilakukan setiap pagi dan malam hari. Dengan pengukuran setiap hari uji ini dilakukan selama 6 hari. Pengamatan hasil dilakukan dengan mengamati langsung perubahan fisik dan menguji kelembapan kulit dengan alat *Skin analyzer* (yusuf *et al.*, 2019).

Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui adanya peningkatan nilai hidrasi kulit menggunakan alat *Skin analyzer*. Apakah ada perbedaan sebelum dan sesudah pengolesan pada lengan bawah panelis. Parameter dari bibir digolongkan kering apabila (0%-45%), normal atau lembab

(46%-55%), sangat lembab (56%-100%) (Wasitaatmadja, 1997).

8. Uji Stabilitas *Cycling test*

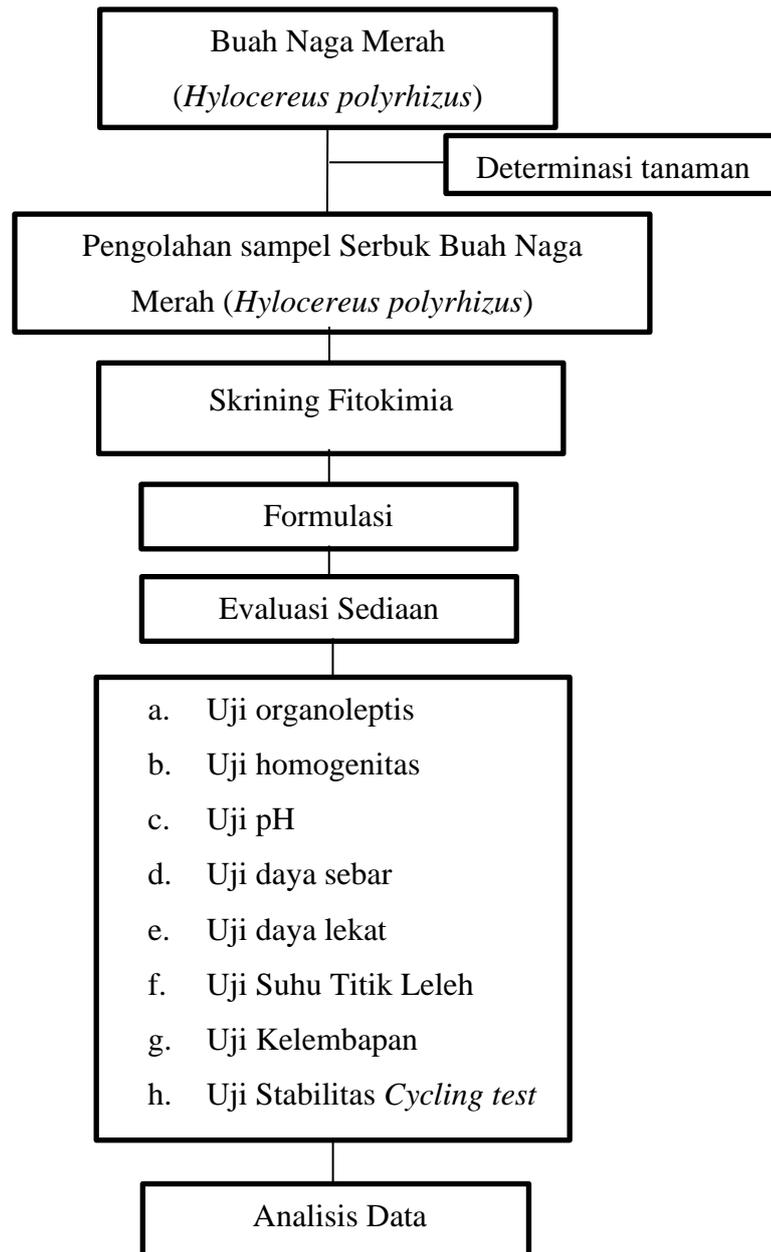
Uji stabilitas menggunakan metode *Cycling test* dengan pengaruh variasi suhu selama waktu penyimpanan. Sediaan disimpan pada suhu dingin 2°-8°C selama 24 jam dan dilanjutkan pada suhu kamar 25°-28°C selama 24 jam (Ambari *et al.*, 2020). Pengujian dilakukan selama 6 siklus, diamati perubahan fisik dari sediaan awal dan akhir meliputi organoleptis, homogenitas, pH, daya sebar, daya lekat, suhu titik leleh, dan waktu mengeringnya sediaan apakah telah terjadi atau tidaknya perubahan selama 12 hari (Naya, 2021).

### 3.6.8. Analisis Data

Tahap pada analisis data diperoleh dari hasil pengujian organoleptis dan homogenitas, pH, daya sebar, daya lekat, kelembapan, dan suhu titik leleh yang diamati sebelum dan setelah pengujian stabilitas metode *Cycling test*. Uji organoleptis dan homogenitas dilakukan dengan pengamatan secara deskriptif. Untuk hasil pengujian pH, daya lekat, daya sebar, kelembapan, dan suhu titik leleh akan dianalisis secara statistik menggunakan SPSS. Untuk data organoleptis dan homogenitas dimasukkan hasil data yang didapat dari kepercayaan pengamatan pribadi ( $p=0,05$ ), jika data yang dihasilkan tidak terdistribusi normal maka akan dilanjutkan uji *Non Parametrik* menggunakan *Wilcoxon*. Akan tetapi apabila hasil yang didapatkan terdistribusi normal dilanjutkan dengan uji *One Way Anova*. Jika nilai  $p$ -value yang dihasilkan ( $<0,05$ ) maka akan menunjukkan adanya perbedaan yang signifikan, begitupun sebaliknya jika nilai  $p$ -value yang dihasilkan ( $>0,05$ ) maka tidak adanya perbedaan signifikan sebelum dan setelah pengujian stabilitas pH dengan metode *Cycling test*.

### 3.7. Skema Kerja

Adapun skema kerja pada penelitian ini dapat dilihat bagian dibawah ini sebagai berikut:



Gambar 5. Skema Kerja