

BAB III METODELOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Alat yang di gunakan pada penelitian antara lain : Peralatan gelas dan kaca (pyrex), *Particle Size Analyzer* (PSA), pipet tetes, cawan, stamper, pengaduk magnetik, mikropipet (thermos scientific), *bluetip*, *yellowtip*, alat pencetak lipstik, kaca transparan, *stirres* dan timbangan analitik.

3.1.2 Bahan

Bahan yang digunakan meliputi: *Sunflower oil* (*Lansida*), pewarna ponceau 4R Cl (*Brataco*), cera alba (xiamen fengstone, china), vaselin alba (senneborn, Belanda), lanolin (wuxi kimnse international crop, china) , setil alcohol (BASF, Jerman), paraffin wax (Brataco Indonesia), aquades, Span 80 (PT.KAO indo chemical, Indonesia), tween 20 (Vinantice inc, USA).

3.2. Cara Penelitian

3.2.1 Pembuatan Nanoemulsi dengan energi rendah

Dilakukan pemanasan bahan yang akan dibuat nanoemulsi dengan cara PIC pada pemanasan suhu tinggi yaitu 80°C. Diagram fase terner yang terdiri dari air, kombinasi surfaktan (tween20:span80), dan minyak biji bunga matahari dalam rasio volume (μl) yang berbeda (1;1, 1;2, 1;3, 2;3) digunakan untuk mengetahui pengaruh dari konsentrasi kombinasi surfaktan, air dan minyak dicampur dengan bantuan vortex dalam rasio (1;1, 1;2, 1;3, 1;4, 1;5, 1;6, 1;7, 1;8, 1;9) penambahan minyak yang bervariasi dilakukan untuk menghasilkan konsentrasi minyak berkisar 3% - 78% dari volume total dengan interval penambahan minyak sebanyak $\pm 5\%$. Pada setiap penambahan minyak dihomogenkan dengan bantuan *magnetic stirrer* yang suhunya tetap diatur 80°C. Pada setiap penambahan fase minyak, dilihat secara visual keadaan fisik dari campuran apakah jernih atau keruh, keberadaan zona nanoemulsi dapat diilustrasikan dengan membangun diagram fase terner menggunakan *software triplot 4.1.2*. Dari diagram terner yang

terbentuk, kemudian dipilih diagram dengan area terbesar yang bisa membentuk nanoemulsi^(7,16).

3.2.2 Pembuatan Formula Nanoemulsi

Dipilih diagram fase terner tween20:span80 (1:1) lalu ditentukan formula nanoemulsi dengan kadar air tertinggi, dan kadar surfaktan serta minyak yang sama^(7,21).

3.2.3 Evaluasi Nanoemulsi

Uji ukuran globul dan indek polidispersitas dilakukan dengan menggunakan *Partikel Size Analyzer* (Horiba SZ 100). 1 ml sampel dipipet dan dimasukkan kedalam kuvet sampai tanda batas yang telah ditentukan dan pada larutan dipastikan tidak ada busa (gelembung). Kemudian kuvet dimasukkan kedalam *Partikel Size Analyzer* (Horiba SZ 100) dan selanjutnya diukur ukuran globul dan indeks dispersinya.

3.2.4 Preparasi Emulsi Konvensional

Preparasi emulsi konvensional dibuat sesuai dengan formula nanoemulsi. Dibuat dengan kadar air yang sama dengan nanoemulsi yaitu 10% dan perbandingan 1:1 dengan kombinasi surfaktannya juga 10% dan sisanya minyak biji bunga matahari.

3.2.5 Formula Lipstik

Tabel 3.1 Formulasi acuan lipstik⁽²²⁾

Bahan	Berat (gram)
Minyak Jarak	25,0
Vaselin alba	5,00
Cera alba	7,50
Lanolin	2,50
Nanopartikel ekstrak	13,5
Setil alkohol	4,92
Parafin wax	2,50
Oleum rosae	0,50

Formula acuan lipstik pada tabel 3.1. Formula acuan lipstik dimodifikasi digunakan untuk membuat sediaan basis lipstik nanoemulsi a/m minyak biji bunga matahari, emulsi konvensional dan konvensional dengan cara yang sama menggantikan bahan nanoemulsi a/m minyak biji bunga matahari, dengan emulsi konvensional dan minyak biji bunga matahari.

Formula modifikasi pembuatan lipstik:

Tabel 3.2 Formula modifikasi lipstik nanoemulsi⁽¹⁵⁾

Bahan	Berat (g)
Nanoemulsi a/m <i>sunflower oil</i>	10
Cera alba	2,5
Paraffin wax	0,83
Lanolin	0,83
Setil alkohol	1,64
Vaselin alba	1,67
Ponceau 4R Cl	0,015

Jumlah bahan yang digunakan dari formula acuan dikurangi serta dimodifikasi. Pembuatan basis lipstik emulsi konvensional dan basis lipstik konvensional dibuat dengan formula modifikasi yang sama dengan formula nanoemulsi a/m biji bunga matahari, penggunaan bahan “nanoemulsi a/m biji bunga matahari” diganti dengan emulsi konvensional namun lipstik konvensional hanya diganti dengan minyak biji bunga matahari saja.

3.3 Proses Pembuatan Lipstik

Proses pembuatan lipstik nanoemulsi diawali dengan penimbangan bahan, nanoemulsi air dalam minyak biji bunga matahari dengan jumlah air yang berbeda secara terpisah dimasukkan kedalam basis lipstik. Komposisi formula modifikasi pembuatan lipstik nanoemulsi seperti tabel 3.2. Nanoemulsi masukkan dalam cawan (campuran 1) dipanaskan kedalam *waterbath*. Dasar lipstik dilelehkan diatas *waterbath* pada suhu 80°C. Pelelehan dasar lipstik berdasarkan urutan titik lebur masing-masing bahan, yaitu dari titik lebur yang paling tinggi ke titik lebur yang paling rendah, urutan pelelehan dasar lipstik dimulai dari cera alba, vaselin alba, lanolin, parafin wax, dan setil alkohol. Semua dasar lipstik yang meleleh dengan sempurna kemudian ditambahkan sedikit demi sedikit campuran 1 sampai terus diaduk untuk menghindari pengerasan⁽²²⁾. Setelah dasar lipstik homogen dimasukkan kedalam cetakan dan didinginkan kedalam lemari pendingin selama 10 menit⁽²⁾. Cara pembuatan basis lipstik emulsi konvensional dan emulsi konvensional sama.

3.4 Pengujian Lipstik

3.4.1 Uji Kekuatan

Pengamatan dilakukan terhadap kekuatan lipstik dengan menggunakan alat *hardnestester tablet* dengan cara lipstik diletakkan horizontal pada tempat yang tersedia lalu di tekan tombol mulai untuk memuai test sampai lipstik seluruhnya telah hancur. Pada saat lipstik patas merupakan nilai kekuatan lipstik⁽³⁾.

3.4.2 Uji daya sebar

Dilakukan pengamatan terhadap daya sebar lipstik dengan mengoleskan ujung lipstik pada kaca transparan. Diamati permukaan lipstik yang terlihat pada kaca transparan. Daya sebar yang baik terlihat dari permukaan lipstik yang halus saat dioleskan pada kaca transparan⁽³⁾.

3.4.3 Titik lebur

Pengamatan dilakukan terhadap titik lebur lipstik dengan cara meleburkan lipstik. Sediaan lipstik yang baik adalah sediaan lipstik dengan titik lebur suhu diatas 50°C . Lipstik dimasukkan kedalam pipa piler kaca dengan tinggi 2,5 – 3,5 mm. Panaskan tangas hingga suhu lebih kurang 10°C dibawah suhu lebur lipstik dan naikan suhu dengan kecepatan 1°C kurang lebih $0,5^{\circ}\text{C}$ per menit. Dimasukkan kapiler, bila suhu mencapai 5°C dibawah suhu terendah yang diperkirakan lanjutkan pemanasan hingga melebur sempurna. Dicatat jarak lebur. Titik leleh lipstik yang ideal mendekati suhu bibir dengan kisaran antara 36 – 38°C . Titik leleh lipstik sebaiknya melebihi kisaran suhu tersebut⁽²³⁾.

3.4.4 Uji Organoleptis

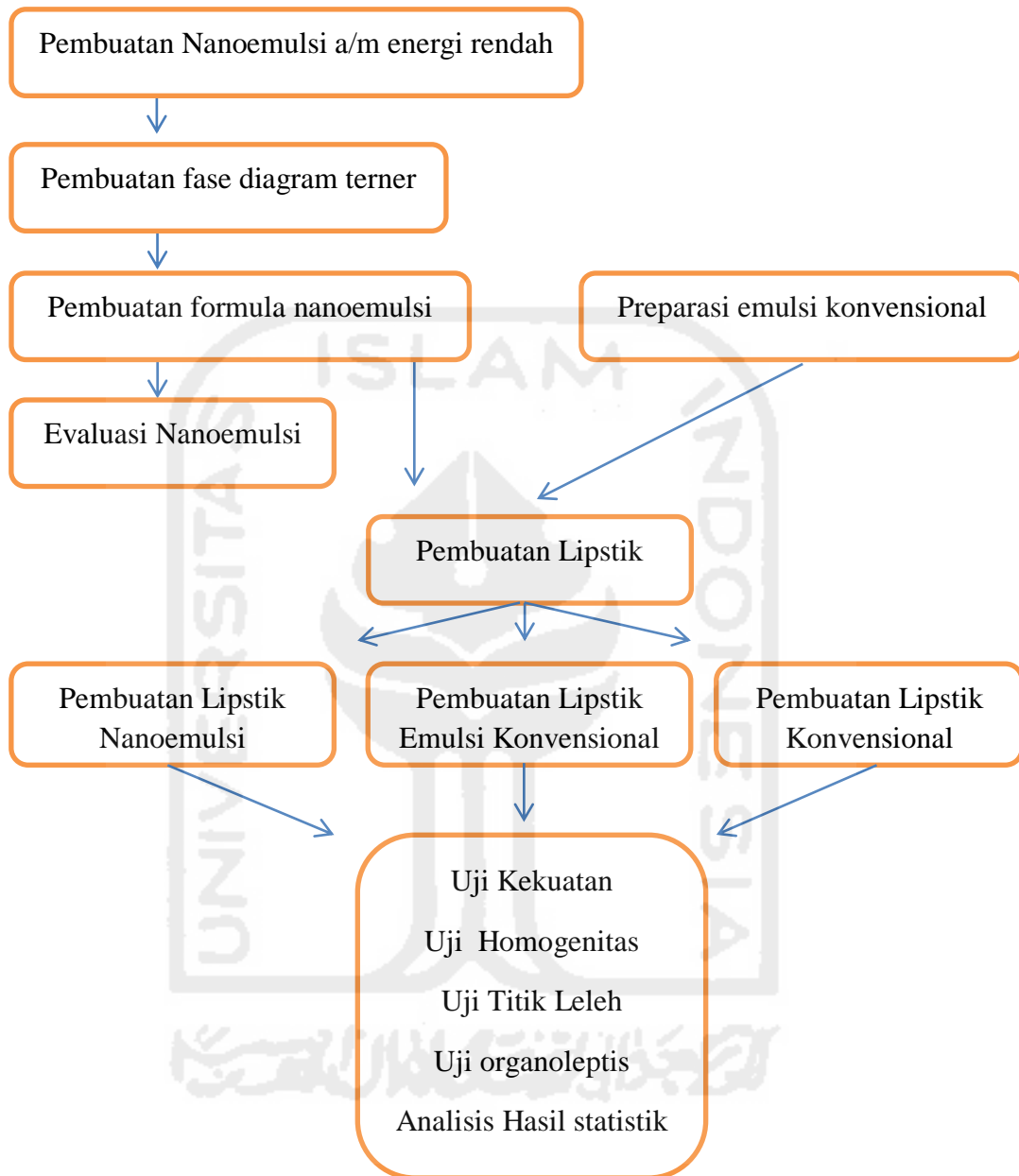
Pengamatan dilakukan terhadap lipstik meliputi bau, warna, tekstur, kilap dan daya oles menggunakan skala penilaian 1 sampai 5 menggunakan responden (umur 19-24, mahasiswa Farmasi Universitas Islam Indonesia) untuk menentukan hasil penilaian terhadap hasil sediaan lipstik⁽²⁴⁾.

3.5 Analisis Hasil

3.4.5 Analisis hasil anova

Analisis statistik digunakan untuk mengetahui berbandingan jumlah penambahan air pada ukuran globul, indeks polidispersitas nanoemulsi air dalam minyak biji bunga matahari, dan untuk mengetahui perbandingan lipstik yang terformulasi dalam lipstik konvensional, emulsi konvensional, dan nanoemulsair dalam minyak biji bunga matahari terhadap sifat fisik basis lipstik. Dalam melakukan anova ada dua uji asumsi yang harus terpenuhi yaitu data berdistribusi normal dan *homogeneity of variance* (variansi sama), ketika data yang digunakan tidak berdistribusi normal maka dapat digunakan uji *Kruskal-Wallis*⁽²⁵⁾.

3.6 Skema Penelitian



Gambar 3.1 Skema Penelitian