

BAB III METODE PENELITIAN

A. Populasi dan Sampel

Populasi adalah bagian keseluruhan subjek penelitian. Populasi pada penelitian ini adalah produk *Lip balm* (pelembab bibir) dengan berbagai merek yang beredar dipasaran. Sampel adalah sebagian kecil dari populasi yang sudah mampu secara representatif mewakili populasi dalam penelitian. Sampel yang digunakan dalam penelitian ini yaitu *lip balm* merek X, Y, dan Z yang beredar dan dibeli di pasaran dengan kriteria mencantumkan nilai SPF pada kemasan sediaan tersebut.

B. Variabel Penelitian

1. Identifikasi Variabel Utama

Variabel utama yang dimuat dalam penelitian ini adalah pengujian mutu fisik dan penetapan nilai SPF pada sediaan *lip balm* merek X, Y, dan Z dengan metode spektrofotometri UV-Vis.

2. Klasifikasi Variabel Utama

Variabel utama diklasifikasikan dalam 3 macam variabel antara lain variabel bebas, variabel terkontrol, dan variabel terikat. Variabel bebas dalam penelitian ini yaitu produk *lip balm* (pelembab bibir) ber SPF berbagai merek yang beredar di pasaran. Variabel terikat dalam penelitian ini adalah mutu fisik dan nilai SPF pada sampel *lip balm* yang dianalisis. Variabel terkontrol dalam penelitian ini adalah pelarut, kondisi alat Spektrofotometer UV-Vis, peralatan di laboratorium dan kondisi analisis.

3. Definisi Operasional Variabel Utama

- 3.1.** Mutu fisik sediaan adalah pengujian yang dilakukan untuk mengetahui kualitas fisik dalam sediaan *lip balm* yang meliputi parameter organoleptis, homogenitas, pH, daya lekat, daya sebar dan titik lebur.
- 3.2.** *Lip balm* adalah sediaan yang berbentuk batangan dan memiliki senyawa zat aktif sebagai tabir surya dengan label nilai SPF 15 yang tertera pada kemasan produk bermerek dan diambil secara acak dari pasaran.
- 3.3.** Nilai SPF adalah salah satu parameter efektivitas sediaan tabir surya yang membandingkan antara waktu yang diperlukan

untuk menimbulkan eritema pada kulit yang diolesi dan yang tidak diolesi tabir surya.

- 3.4. Spektrofotometri UV-Vis adalah salah satu metode yang digunakan untuk mengukur nilai SPF yang terkandung dalam suatu produk tabir surya secara *in-vitro* menggunakan perhitungan Mansur.

C. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah pH meter, *object glass*, *extensometer*, labu ukur, pipet volume, pipet tetes, neraca analitik, gelas beaker, cawan porselen, oven, kertas saring whatman no 1, corong kaca, batang pengaduk, spektrofotometri UV-Vis.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel *lip balm* merek X, Y dan Z yang beredar dipasaran dan etanol 96%.

D. Jalannya Penelitian

1. Identifikasi Sampel

Identifikasi sampel *lip balm* dilakukan dengan diamati komposisi, bobot, nilai SPF, tanggal kadaluarsa, nomor batch dan *manufacturing date* yang tercantum pada kemasan primer maupun sekunder *lip balm*.

2. Pengujian Mutu Fisik

2.1. Organoleptis. Pengujian organoleptis dilakukan dengan cara diamati warna, bentuk, dan bau dari sediaan *lip balm* secara visualisasi.

2.2. Homogenitas. Sediaan diamati homogenitasnya dengan cara sejumlah sampel dioleskan pada *object glass*. Diamati apakah terdapat butiran kasar atau tidak.

2.3. Pengukuran pH. Pemeriksaan pH sediaan *lip balm* dilakukan dengan penggunaan pH meter. Sediaan *lip balm* dipanaskan diatas penangas air hingga meleleh, kemudian diukur pH *lip balm* menggunakan pH meter yang telah dikalibrasi menggunakan larutan dapar netral pH 7 (Warnida *et al*, 2016).

2.4. Daya Sebar. Uji daya sebar dilakukan dengan sampel *lip balm* ditimbang sebanyak 0,5 g dan diletakkan diatas lempengan kaca yang terdapat skala diameter, lalu tutup dengan kaca yang lain. Selanjutnya diberi beban 200 g dan dibiarkan selama 1 menit, kemudian diukur diameter penyebaran *lip balm*.

2.5. Daya Lekat. Sampel ditimbang sebanyak 0,1 g dan diletakkan diantara 2 buah *object glass* yang telah ditandai luasnya $4 \times 2,5$ cm. Kemudian *object glass* ditindih dengan beban 1 kg selama 5 menit. Beban diangkat lalu ditarik dengan beban 80 g dan dicatat waktu yang dibutuhkan hingga kedua *object glass* terpisah.

2.6. Titik Lebur. Sampel *lip balm* ditimbang sebanyak 1 g menggunakan cawan porselen, kemudian dimasukkan kedalam oven pada suhu awal 50°C dan ditambah 1°C setiap 15 menit. Pengujian ini dilakukan hingga sediaan melebur.

3. Optimasi Metode

3.1. Pembuatan Larutan Standar 100 ppm. Ditimbang vitamin C sebanyak 10 mg dimasukkan labu tentukur 100 mL yang dilapisi alumunium foil dan ditambahkan etanol 96% hingga tanda batas.

3.2. Panjang Gelombang Maksimum. Penentuan lamda maksimum diperoleh dengan cara dibuat larutan stok 20 ppm dari larutan standar vitamin C dengan dipipet 2 mL dimasukkan ke dalam labu tentukur 10 mL dan ditambahkan etanol 96% hingga tanda batas, kocok homogen. Diukur serapannya pada panjang gelombang 200 – 300 nm dengan blanko etanol 96%.

3.3. Operating Time. Penentuan OT dilakukan dengan cara pembacaan larutan stok 20 ppm yang telah dibuat, diukur serapannya dengan panjang gelombang yang didapat hingga diperoleh absorbansi yang stabil (Santoso dan Nopiyanti, 2022).

4. Validasi Metode

4.1. Linieritas. Kurva baku dibuat dengan pengenceran konsentrasi larutan standar vitamin C 100 ppm pada seri konsentrasi 4 ppm, 6 ppm, 8 ppm, 10 ppm dan 12 ppm dilarutkan etanol 96% dalam labu tentukur 10 mL kocok homogen. Masing – masing seri konsentrasi diukur serapannya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang dan *operating time* yang telah ditentukan, hasilnya dianalisis dengan persamaan regresi linier $y = a + bx$.

4.2. LOD dan LOQ. Batas deteksi (LOD) dihitung dengan persamaan $3,3 \text{ SD}/b$, sedangkan Batas kuantitasi (LOQ) dihitung dengan persamaan $10 \text{ SD}/b$. Nilai tersebut didapatkan berdasarkan deviasi standar absorbansi hasil pengukuran dan b

merupakan *slope* dari persamaan kurva kalibrasi (Harmono, 2020).

4.3. Akurasi. Akurasi diperoleh dengan dibuat seri konsentrasi 80%, 100% dan 120% dari larutan standar vitamin C. Masing – masing konsentrasi dilakukan sebanyak 3 replikasi dengan mengencerkan larutan standar vitamin C 100 ppm menjadi 3 konsentrasi yaitu 6 ppm, 8 ppm, dan 10 ppm dilarutkan etanol 96% dalam labu tentukur 10 mL kocok homogen. Diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum dengan spektrofotometer UV-Vis.

4.4. Presisi. Presisi dilakukan dengan cara dibuat seri konsentrasi 6 ppm dari larutan standar vitamin C yang dilarutkan etanol 96% dalam labu tentukur 10 mL kocok homogen dilakukan sebanyak 6 replikasi. Diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum dengan spektrofotometer UV-Vis.

5. Penentuan Nilai SPF

5.1. Preparasi sampel. Masing-masing sampel *lip balm* ditimbang sebanyak 1 g dan dilarutkan menggunakan pelarut etanol 96%, lalu dimasukkan ke dalam labu tentukur 100 mL. Ditambahkan pelarut etanol 96% hingga tanda batas, disonikasi selama 5 menit dengan suhu sesuai dengan titik lebur masing-masing sampel dan disaring dengan kertas saring whatman No 1. Filtrat yang dihasilkan dipipet 5 mL dan dilarutkan dengan etanol 96% dalam labu tentukur 50 mL hingga tanda batas. Filtrat yang berada pada labu tentukur 50 mL dipipet 5 mL dan dilarutkan dengan etanol 96% dalam labu tentukur 25 mL hingga tanda batas.

5.2. Pengukuran nilai SPF. Larutan kemudian diukur absorbansinya menggunakan alat spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 290-320 nm dan dilakukan 3 kali replikasi pada setiap sampel. Dicatat absorbansi yang muncul pada Spektrofotometer UV-Vis dan nilai SPF dihitung berdasarkan persamaan Mansur sebagai berikut : (Dutra *et al*, 2004).

$$\text{Nilai SPF} = CF \times \sum_{290}^{320} EE(\lambda) \times I(\lambda) \times Abs(\lambda)$$

Keterangan:

EE = *Erythema effect spectrum*

I = *Solar intensity spectrum*

Abs = *Absorbancy of sunscreen product*

CF = *Correction factor (=10)*

E. Analisis Hasil

Data yang diperoleh dari uji mutu fisik lalu dibandingkan antara ketiga sampel tersebut apakah sesuai dengan label produk. Data hasil uji aktivitas tabir surya dianalisis berdasarkan uji hipotesis yaitu uji normalitas dan uji homogenitas dengan analisis statistik *Kolmogorov-Smirnov* untuk uji normalitas dan *Levene Statistic* untuk uji homogenitas. Jika data hasil uji normalitas dan uji homogenitas terdistribusi normal, dapat dilanjutkan dengan uji parametrik *One Way-Anova*. Apabila data homogen namun tidak terdistribusi normal, maka dapat dilanjutkan uji non parametrik dengan *Kruskal-Wallis* menggunakan SPSS.