

## Optimasi Formula Sediaan *Lipbalm* Ekstrak Karotenoid Umbi Wortel (*Daucus carota* L.) dengan Kombinasi Basis *Beeswax* dan *Candelilla Wax* Menggunakan Metode *Simplex Lattice Design*

Optimization of Lipbalm Formulation Containing Carotenoid Extract of *Daucus carota* L. with Combination of Beeswax and Candelilla Wax Using Simplex Lattice Design

<sup>1</sup>Ratu Galuh Chondrodewi Budi Pratami, <sup>2</sup>Amila Gadri, <sup>3</sup>Sani Ega Priani

<sup>1,2,3</sup>Prodi Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Bandung, Jl. Tamansari No.1 Bandung 40116

email: <sup>1</sup>ratugaluh.cbp@gmail.com, <sup>2</sup>amilagadriapt@gmail.com, <sup>3</sup>egapriani@gmail.com

**Abstract.** The Simplex Lattice Design experimental design was employed to optimize the combination of beeswax and candelilla wax of lipbalm containing carotenoid extract from carrot (*Daucus carota* L.). Carotenoid not only a natural colorant which potentially developed from carrot (*Daucus carota* L.) but also a sun protector. This study aims to determine the combination of beeswax and candelilla wax providing optimal formula with desired physical properties. The quality of lipbalm is directly linked to the basic material used in the formulation. Physical properties of lipbalm are defined from the waxes base. Carotenoid was extracted from carrot dried powder using acetone : methanol mixture of 9,37 : 10 (v/v), while the ratio of the powder to solvent were 1:8,12 (g/ml) for 32,21 minutes. Physical properties of eight lipbalm formula with various base composition contained 5% carotenoid extract which is melting point, spreadibility and hedonic were studied. The optimum formula obtained by Simplex Lattice Design using software Design Expert (version 10.0.3, Stat-Ease Inc., Minneapolis, MN, USA). The optimum formula consist of 8,75% beeswax dan 6,25% candelilla wax. With respect to these factors, the 69,3 ± 0,3 melting point, 4,1 ± 0,3 spreadibility and 64,6 ± 2,2 hedonic response was observed.

**Keywords:** *lipbalm*, *Daucus carota* L., simplex lattice design

**Abstrak.** Desain eksperimental *Simplex Lattice Design* telah dilakukan untuk mengoptimasi kombinasi basis *beeswax* dan *candelilla wax* dari sediaan *lipbalm* yang mengandung ekstrak karotenoid. Karotenoid merupakan zat warna alami yang berasal dari umbi wortel (*Daucus carota* L.) serta berfungsi sebagai *sunprotector*. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui komposisi kombinasi basis optimum *beeswax* dan *candelilla wax* yang menghasilkan sediaan *lipbalm* dengan sifat fisik yang dikehendaki. Kualitas suatu sediaan *lipbalm* sering dihubungkan dengan bahan dasar yang digunakan dalam formulasi. Sifat fisik *lipbalm* ditentukan dari basis *wax*. Serbuk kering umbi wortel (*Daucus carota* L.) diekstraksi menggunakan pelarut aseton dan metanol dengan perbandingan 9,37 : 10 (v/v) dengan perbandingan simplisia dan pelarut 1 : 8,12 (gr/ml) selama 32,21 menit. Delapan formula *lipbalm* mengandung 5% ekstrak karotenoid dengan variasi basis *beeswax* dan *candelilla wax* diuji sifat fisiknya meliputi titik leleh, daya sebar dan hedonik. Formula optimum diperoleh melalui pendekatan *Simplex Lattice Design* menggunakan *software Design Expert* (versi 10.0.3, Stat-Ease Inc., Minneapolis, MN, USA). Kemudian diperoleh komposisi kombinasi basis *lipbalm* yang mengandung *beeswax* sebesar 8,75% dan *candelilla wax* sebesar 6,25% dengan sifat fisiknya yaitu titik leleh sebesar 69,3 ± 0,3, daya sebar sebesar 4,1 ± 0,3 dan tingkat kesukaan sebesar 64,6 ± 2,2.

**Kata Kunci:** *lipbalm*, *Daucus carota* L., simplex lattice design.

### A. Pendahuluan

Formulasi sediaan farmasi, khususnya kosmetik mengandung banyak komponen penyusun. Untuk memformulasi sediaan farmasi, terutama kosmetik seringkali membutuhkan pendekatan *trial* dan *error*. Formulasi dengan pendekatan ini masih banyak digunakan hingga sekarang walaupun kurang efektif. Pendekatan ini memakan waktu, membutuhkan biaya dan tenaga yang besar serta tidak dapat diandalkan dalam menemukan formulasi terbaik.

Salah satu metode optimasi yang sering digunakan untuk memperoleh formula yang optimum adalah SLD atau *Simplex Lattice Design*. Metode ini dapat digunakan untuk optimasi formula pada berbagai jumlah komposisi bahan yang berbeda sehingga menghasilkan formula optimum yang memiliki sifat-sifat fisik yang diharapkan.

Penggunaan studi optimasi dengan SLD mempunyai keuntungan relatif sederhana dibandingkan dengan model optimasi yang lainnya (Amstrong & James, 1996; Bolton, 1997).

Pada penelitian ini akan dikembangkan formulasi sediaan *lipbalm* yang mengandung pewarna alami ekstrak karotenoid dari umbi wortel dengan metode optimasi formula menggunakan *Simplex Lattice Design*. Penambahan ekstrak karotenoid pada sediaan *lipbalm* selain untuk memberikan warna, berfungsi sebagai *sunprotector* sehingga dapat melindungi bibir dari kerusakan akibat sinar UV-A dan UV-B (Stahl, 2004). Penelitian ini bertujuan untuk memperoleh komposisi formula basis *lipbalm* terbaik dari kombinasi *candelilla wax* dan *beeswax* serta mengetahui pengaruh setiap komponen basis terhadap sifat fisik *lipbalm*.

## B. Landasan Teori

Wortel (*Daucus carota L*) termasuk jenis tanaman sayuran umbi semusim, berbentuk semak (perdu) yang tumbuh tegak dengan ketinggian antara 30 cm – 100 cm atau lebih, tergantung jenis dan varietasnya. Wortel digolongkan sebagai tanaman semusim karena hanya berproduksi satu kali dan kemudian mati. Tanaman wortel berumur pendek, yakni berkisar antara 70 – 120 hari, tergantung varietasnya. Selain dimanfaatkan sebagai bahan pangan dan pengobatan, umbi wortel juga dapat digunakan untuk keperluan kosmetik, yakni untuk merawat kecantikan wajah dan kulit. Karotenoid dalam umbi wortel bermanfaat untuk menjaga kelembapan kulit, melembutkan kulit dan memperlambat timbulnya kerutan pada wajah sehingga wajah selalu tampak berseri (Cahyono, 2002).

*Lipbalm* adalah sediaan yang diaplikasikan pada bibir untuk mencegah kering dan melindungi dari efek lingkungan yang buruk. Namun, ada beberapa perbedaan antara lipstik dan *lipbalm* terutama fungsinya, lipstik digunakan untuk memberikan warna pada bibir sedangkan *lipbalm* berfungsi memberikan perlindungan. Dari segi formula, formula lipstik lebih kompleks dibandingkan *lipbalm* (Fernandes *et al*, 2013).

Prinsip dasar *simplex lattice design* adalah untuk mengetahui profil efek dari kombinasi komposisi bahan yang berbeda terhadap suatu parameter dimana terdapat dua variabel bebas A dan B. Hubungan antara respon dan komponen dapat digambarkan dengan rumus sebagai berikut:

$$Y = a [A] + b [B] + ab [A][B]$$

Keterangan:

Y : respon

a, b, ab : koefisien yang didapat dari percobaan

[A][B] : fraksi (bagian) komponen dengan persyaratan :  $0 \leq [A] \leq 1$ ;  $0 \leq [B] \leq 1$

Nilai respon yang didapat disubstitusikan ke dalam persamaan di atas, agar diperoleh nilai koefisien a, b dan ab. Jika nilai koefisien sudah diketahui, maka dapat ditentukan nilai Y (respon) sehingga didapat gambaran profilnya dari variasi kedua komponen tersebut (Armstrong dan James, 1996).

## C. Hasil Penelitian dan Pembahasan

Pada penelitian ini digunakan umbi wortel yang diperoleh dari perkebunan Pacet, Mojokerto. Determinasi tanaman dilakukan di Sekolah Ilmu dan Teknologi Hayati, Institut Teknologi Bandung. Determinasi dilakukan dengan membandingkan sampel tanaman dengan literatur yang bertujuan untuk memastikan dan meyakinkan bahwa sampel tanaman yang digunakan adalah benar *Daucus carota L*. Hasil determinasi menyatakan bahwa tanaman yang digunakan pada penelitian ini benar umbi

wortel (*Daucus carota* L.).

Umbi wortel yang diperoleh 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. Serbuk wortel yang diperoleh diekstraksi secara homogenisasi menggunakan pelarut aseton dan metanol dengan perbandingan 9,37 : 10 (v/v) dengan perbandingan simplisia dan pelarut 1 : 8,12 (gr/ml) selama 32,21 menit. Tahapan selanjutnya adalah pemekatan ekstrak yang dilakukan menggunakan *rotary vacuum evaporator* pada suhu 50°C selama 15 menit. *Rotary vacuum evaporator* dapat menguapkan aseton dan metanol di bawah titik didihnya dikarenakan adanya vakum yang dapat menurunkan tekanan uap pelarut sehingga titik didihnya pun akan menurun. Rendemen ekstrak pekat yang diperoleh sebanyak 14,62%

Tahapan awal percobaan adalah menentukan formula optimum dengan metode *Simplex Lattice Design* menggunakan software *Design Expert* (versi 10.0.3, Stat-Ease Inc., Minneapolis, MN, USA) dan diperoleh delapan formula dengan konsentrasi kombinasi basis *beeswax* dan *candelilla wax* yang bervariasi yang disajikan pada Tabel 1.

**Tabel 1.** Formula Sediaan *Lipbalm*

Bahan	Formula (%)							
	F1	F2	F3	F4	F5	F6	F7	F8
<i>Beeswax</i>	10	7,5	5	5	8,75	10	6,25	7,5
<i>Candelilla wax</i>	5	7,5	10	10	6,25	5	8,75	7,5
<i>Castor oil</i>	65	65	65	65	65	65	65	65
<i>Shea butter</i>	14,9	14,9	14,9	14,9	14,9	14,9	14,9	14,9
Tokoferol	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Essence vanilla	2 tetes	2 tetes	2 tetes	2 tetes	2 tetes	2 tetes	2 tetes	2 tetes
Ekstrak karotenoid	5	5	5	5	5	5	5	5

Kedelapan formula *lipbalm* yang telah dibuat kemudian diukur profil reponnya meliputi titik leleh, daya sebar dan hedonik yang bertujuan untuk memperoleh persamaan polinomial yang akan digunakan untuk memprediksi pengaruh dari tiap variabel bebas, yaitu *beeswax* dan *candelilla wax* atau interaksi antara keduanya. Hasil pengukuran profil respon dapat dilihat pada Tabel 2.

**Tabel 2.** Hasil Pengukuran Profil Respon

Formula	Profil Respon		
	Titik leleh (°C)	Daya sebar	Total respon kesukaan
F1	68,30	3,00	59,00
F2	70,30	4,00	59,00
F3	72,30	1,00	50,00
F4	71,67	1,00	45,00
F5	69,33	4,00	66,00
F6	68,00	4,00	64,00
F7	70,67	4,00	66,00
F8	70,00	4,00	62,00

\*Nilai respon maksimal 100

Titik leleh menunjukkan ketahanan *lipbalm* terhadap suhu. Suatu sediaan *lipbalm* harus mempunyai titik leleh yang ideal yaitu antara 68-75°C (Gouvea, 1993) sehingga tidak meleleh apabila disimpan pada suhu ruang dan tetap mempertahankan bentuknya selama proses distribusi, penyimpanan dan pemakaian. Setelah dilakukan pengujian titik leleh terhadap delapan formula *lipbalm*, kemudian nilai titik leleh dianalisis secara statistik menggunakan *software Design Expert* sehingga diperoleh persamaan SLD sebagai berikut:

$$Y = 68,22 (A) + 71,72 (B) \dots\dots\dots(1)$$

Keterangan:

Y = Respon titik leleh

A = *Beeswax*

B = *Candelilla wax*

Model matematika yang diperoleh merupakan persamaan linier. Persamaan (1) menunjukkan bahwa *beeswax* dan *candelilla wax* dapat meningkatkan titik leleh *lipbalm*, hal ini ditunjukkan dengan koefisien yang bernilai positif. *Candelilla wax* memiliki nilai koefisien yang lebih tinggi dibanding *beeswax* sehingga dapat disimpulkan *candelilla wax* memiliki efek dominan dalam meningkatkan titik leleh *lipbalm*. Hal ini sesuai dengan literatur dimana disebutkan bahwa *candelilla wax* memiliki titik leleh yang tinggi sehingga kerap digunakan untuk meningkatkan titik leleh sediaan *lipbalm* (Singh *et al*, 2015).

Daya sebar menunjukkan seberapa baik keseragaman suatu *lipbalm* untuk membentuk lapisan pelindung, membuat warna yang terdispersi homogen serta tidak pecah, rusak atau terfragmentasi pada proses pengaplikasian. Semakin besar skalanya maka semakin baik pula daya sebar suatu *lipbalm*.

Setelah dilakukan pengujian daya sebar terhadap delapan formula *lipbalm*, nilai daya sebar dianalisis secara statistik menggunakan *software Design Expert* sehingga diperoleh persamaan SLD sebagai berikut:

$$Y = 3,40 (A) + 1,17 (B) + 7,69 (AB) \dots\dots\dots(2)$$

Keterangan:

Y = Respon daya sebar

A = *Beeswax*

B = *Candelilla wax*

Pada respon daya sebar ini digunakan persamaan kuadratik karena data yang diperoleh tidak dapat dideskripsikan menggunakan persamaan linier sehingga perlu dikembangkan menjadi persamaan kuadratik. Persamaan tersebut menunjukkan bahwa *beeswax*, *candelilla wax* dan kombinasi keduanya dapat meningkatkan daya sebar *lipbalm*, hal ini ditunjukkan dengan koefisien yang bernilai positif. Interaksi *beeswax* dan *candelilla wax* memiliki nilai koefisien yang lebih tinggi dibanding *beeswax* dan *candelilla wax* tunggal sehingga dapat disimpulkan bahwa interaksi *beeswax* dan *candelilla wax* memiliki efek dominan dalam meningkatkan daya sebar *lipbalm*.

Uji hedonik atau uji kesukaan bertujuan untuk mengetahui tingkat kesukaan atau penerimaan responden terhadap sediaan *lipbalm* yang telah dibuat. Pengujian ini dilakukan terhadap 20 orang responden wanita berusia 18-22 tahun yang sudah pernah atau sering menggunakan *lipbalm*. Parameter penilaian responden yang diamati meliputi kenyamanan dan kemudahan *lipbalm* saat dioleskan. Berdasarkan analisis dengan *Simplex Lattice Design*, diperoleh persamaan sebagai berikut:

$$Y = 61,50(A) + 47,50(B) + 24,00(AB) - 37,33 AB(A-B) + 149,33AB(A-B)^2 \dots (3)$$

Keterangan:

Y = Respon hedonik

A = *Beeswax*

B = *Candelilla wax*

Persamaan (3) yang diperoleh dari *software* merupakan persamaan model kuartik. Pada respon hedonik ini digunakan persamaan kuartik karena data yang diperoleh tidak dapat dideskripsikan menggunakan persamaan linier, kuadratik atau kubik sehingga perlu dikembangkan menjadi persamaan kuartik.

*Beeswax* dan *candelilla wax* masing-masing menunjukkan koefisien positif, begitu pula dengan kombinasi *beeswax* dan *candelilla wax* sedangkan interaksi yang lebih kompleks antara *beeswax* dan *candelilla wax* dengan melibatkan selisih *beeswax* dan *candelilla wax* menghasilkan respon negatif. Selisih kuadrat *beeswax* dan *candelilla wax* menghasilkan respon positif. *Beeswax* memiliki nilai koefisien yang lebih tinggi dibanding *candelilla wax* sehingga dapat disimpulkan *beeswax* memiliki efek dominan dalam meningkatkan terhadap respon hedonik

Optimasi dilakukan untuk memperoleh kombinasi optimum *beeswax* (A) dan *candelilla wax* (B) untuk memformulasi sediaan *lipbalm* dengan kriteria yang diinginkan. Adapun kriteria yang ingin dicapai berupa target respon (*goal*), antara lain: *target* (titik atau target yang hendak dicapai), *in range* (dalam batasan atau limit tertentu), *maximize* (maksimal atau batas atas dari limit), *minimize* (minimum atau batas bawah dari limit) dan *equal to*. Derajat kepentingan berkisar antara satu (+) hingga lima (+++++). Semakin tinggi derajat kepentingan suatu respon, semakin tinggi prioritas respon tersebut dalam pemenuhan kriteria yang akan dicapai. Data optimasi formula optimum disajikan pada Tabel 3.

**Tabel 3.** Data Optimasi Formula Optimum *Lipbalm* Menggunakan *Software Design Expert*

Nama	Goal	Lower limit	Upper limit	Importance
A : <i>Beeswax</i>	<i>In range</i>	5	10	+++
B : <i>Candelilla wax</i>	<i>In range</i>	5	10	+++
Titik leleh (°C)	<i>In range</i>	68	72	++++
Daya sebar	<i>Maximize</i>	1	4	++++
Hedonik (%)	<i>Maximize</i>	45	66	+++++

**Tabel 4.** Komposisi dan Prediksi Sifat Fisik Formula Optimum

No.	Beeswax (%)	Candelilla wax (%)	Titik leleh (°C)	Daya sebar	Hedonik	Desirability
1	8.75	6.25	69.1446	4.281	66	0.916
2	7	8	70.714	3.589	64.151	0.783

Setelah semua respon dimasukkan ke dalam *software*, maka dihasilkan beberapa solusi berupa variasi komposisi bahan dengan nilai *desirability* yang bervariasi pula serta prediksi nilai respon berdasarkan kriteria yang dikehendaki. Masing-masing solusi memiliki nilai *desirability* antara 0-1. Pemilihan formula yang paling optimal adalah berdasarkan nilai *desirability* yang paling mendekati satu. Nilai *desirability* menunjukkan kemungkinan atau kecenderungan hasil atau respon yang akan dicapai sesuai dengan target optimasi yang dikehendaki. Pada penelitian ini, didapatkan dua

solusi dengan nilai *desirability* sebesar 0,916 dan 0,783, maka dipilih solusi dengan nilai *desirability* yang paling tinggi atau yang paling mendekati satu yaitu 0,916. Prediksi sifat fisik formula optimum dari solusi tersebut disajikan pada Tabel 4.

Verifikasi formula bertujuan untuk menguji kebenaran solusi formula yang diperoleh melalui *Simplex Lattice Design* dengan cara membuat kembali *lipbalm* menggunakan metode yang sama dengan saat orientasi penentuan formula optimum. Hasil verifikasi kemudian dianalisis secara statistik. Pengujian secara statistik bertujuan untuk mengetahui beda rata-rata hasil penelitian dengan data prediksi. Hasil verifikasi disajikan pada Tabel 5.

**Tabel 5.** Hasil Verifikasi dan Analisis Statistik Sifat Fisik Formula Optimum

Profil Respon	Hasil Uji	Hasil Prediksi	Signifikansi	Kesimpulan
Titik leleh (°C)	69.3±0.3	69.1446	0.08	Tidak berbeda bermakna
Daya sebar	4.1±0.3	4.28105	0.103	Tidak berbeda bermakna
Hedonik (%)	64.6±2.2	66	0.077	Tidak berbeda bermakna

Pada penelitian ini, data pengujian titik leleh, daya sebar dan hedonik terdistribusi normal sehingga dilakukan uji lanjutan yaitu uji-t satu sampel. Uji normalitas dilakukan menggunakan uji Shapiro-Wilk dan Liliefors. Jika nilai signifikansi uji t-satu sampel lebih dari 0,05 maka hasil uji sifat fisik formula optimum *lipbalm* tidak berbeda bermakna dengan nilai prediksi *software*. Sebaliknya, jika nilai signifikansi kurang dari 0,05 maka hasil uji sifat fisik formula optimum *lipbalm* tidak berbeda bermakna dengan nilai prediksi *software*. Berdasarkan hasil analisis statistik, diperoleh nilai signifikansi untuk ketiga respon yaitu lebih dari 0,05. Hal ini mengindikasikan bahwa nilai uji sifat fisik yang sebenarnya yang dilakukan dengan nilai prediksi dari *software* pada taraf signifikansi 5% adalah tidak berbeda bermakna, maka nilai prediksi dari *software* benar dan dapat dipercaya.

Hasil evaluasi organoleptis dan homogenitas *lipbalm* yang telah dioptimasi disajikan pada Tabel 6.

**Tabel 6.** Uji Organoleptis dan Homogenitas Sediaan

Pengujian	Hasil
Organoleptis : Warna	Oranye
Bau	Bau vanilla
Bentuk	Bulat
Homogenitas	Homogen

Warna oranye yang dihasilkan *lipbalm* disebabkan karena penambahan ekstrak karotenoid umbi wortel yang berwarna oranye. Formula tersebut memiliki bau vanilla karena adanya penambahan essence vanilla pada proses formulasi sehingga bau khas ekstrak dan bau khas basis tertutupi. Pada uji homogenitas, sediaan *lipbalm* membentuk susunan yang homogen dan tidak terlihat adanya butir-butir kasar sehingga dapat disimpulkan sediaan tersebut homogen.

#### D. Kesimpulan

Berdasarkan hasil optimasi menggunakan *Simplex Lattice Design*, komposisi kombinasi *beeswax* dan *candelilla wax* yang menghasilkan formula optimum adalah 8,75 % *beeswax* dan 6,25% *candelilla wax*

Pada pengujian titik leleh komponen yang paling mempengaruhi titik leleh adalah *candelilla wax*. Hal ini ditunjukkan dengan koefisien yang lebih tinggi yaitu 71,92. Pada pengujian daya sebar, interaksi antara kedua komponen yaitu *beeswax* dan *candelilla wax* mempunyai pengaruh yang dominan terhadap daya sebar sediaan *lipbalm* yang ditunjukkan dengan koefisien bernilai 7,69. Pada uji hedonik komponen yang paling dominan mempengaruhi titik leleh adalah *beeswax* yang ditunjukkan dengan koefisien bernilai 61,50.

#### E. Saran

Dari hasil penelitian diketahui bahwa metode *Simplex Lattice Design* dapat diandalkan dalam menentukan formula optimum, maka penelitian dapat dilanjutkan dengan menggunakan metode optimasi lainnya seperti *D-Optimal Design* atau *Simplex Vertices Design*.

#### Daftar Pustaka

- Amstrong, N. A., and James, K.C. (1996). *Pharmaceutical Experimental Design and Interpretation*, Taylor and Francis Ltd, London.
- Bolton, S. (1997). *Pharmaceutical Statistics: Practical and Clinical Applications*, Informa Healthcare, New York.
- Cahyono, Bambang (2002). *Wortel*, Penerbit Kanisius, Yogyakarta.
- Dornboos, D.A., Huisman, R., Van Kamp H.V., Weyland, J.W., Lerk, C.F and Bolhuis, G.K. (1984). 'Development and Optimization of Pharmaceutical Formulations Using a Simplex Lattice Design', *Pharmaceutisch Weekblad Scientific Edition*, Vol. 6.
- Elsner, P., Maibach, H.I. (2000). *Cosmetics Drug vs Cosmetics*, Vol.23, Marcel Dekker, Inc, New York.
- Fernandes, A.R., Dario, M.F., Pinto, C.A.S.O., Baby, A.R., Velasco, M.V.R. (2013). 'Stability Evaluation of Organic Lip Balm', *Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences*, Vol. 49, No. 2.
- Stahl, W., Sies, H. (2004). 'Bioactivity and Protective Effects of Natural Carotenoids', *Biochimica et Biophysica Acta*, Vol. 1740, No. 2005.