

ISOLASI BRAZILIN DARI KAYU SECANG (*Caesalpinia sappan* L.) DAN FORMULASINYA UNTUK LIPSTIK BATANG

BRAZILIN ISOLATION FROM BRAZILWOOD (*Caesalpinia sappan* L.) AND ITS FORMULATION FOR LIPSTICK

Dina Yuspita Sari^{1*}, Ari Widiyantoro¹, Andi Hairil Alimuddin¹

¹Program Pascasarjana Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Tanjungpura
Jln. Prof. Dr. H. Hadari Nawawi 78124, Pontianak
*e-mail: dina_yuspitasari@yahoo.com

ABSTRAK

Kayu Secang (*Caesalpinia sappan* L.) secara tradisional telah digunakan sebagai pewarna makanan, minuman kesehatan dan sebagai obat tradisional. Warna yang dihasilkan kayu secang dapat dimanfaatkan dalam formulasi kosmetik, salah satunya lipstik. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui eluen yang tepat untuk memperoleh isolat brazilin dari kayu secang dan menentukan kualitas formula sediaan lipstik batang menggunakan ekstrak etanol, fraksi etanol, dan isolat brazilin dari kayu secang. Simplisia kayu secang dimaserasi menggunakan etanol 96 %, kemudian dipartisi menggunakan *n*-heksana. Fraksi etanol selanjutnya diaplikasikan menggunakan kromatografi kolom vakum (KKV) dengan fase diam silika gel 60 menggunakan eluen kloroform, kloroform:metanol (5:1), dan metanol. Langkah ini menghasilkan 4 fraksi (FC, FCM1, FCM2, dan FM). Fraksi FM dipisahkan kembali menggunakan kromatografi kolom gravitasi (KKG) dengan fase diam silika gel 60 menggunakan eluen diklorometana:etil asetat (1:1) dan metanol, menghasilkan 5 fraksi (FDEA1-5). Fraksi FDEA5 dilakukan KLT preparatif menggunakan eluen diklorometana:etil asetat (1:1), menghasilkan 7 isolat (S1-7). Isolat S2 dipisahkan kembali menggunakan KLT preparatif menggunakan eluen terbaik (kloroform:etil asetat (3,5:6,5)) menghasilkan 4 isolat (SS1-4), selanjutnya dilakukan uji kemurnian. Isolat SS1 dikarakterisasi menggunakan NMR-¹H, menunjukkan adanya pergeseran kimia proton di daerah aromatik yaitu 6,3-8,5 ppm dan proton hidrosil pada 9,5 ppm. Ekstrak etanol, fraksi etanol, dan isolat brazilin dari kayu secang kemudian diformulasi ke dalam sediaan lipstik batang. Evaluasi lipstik batang meliputi *ageing stability*, pemeriksaan organoleptis, pemeriksaan titik lebur, penentuan pH, pemeriksaan kekuatan lipstik, uji homogenitas, dan uji kesukaan. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kelima formula lipstik yang dibuat menghasilkan warna dengan tekstur yang lembut, memiliki titik lebur, pH, kekerasan, homogenitas yang memenuhi persyaratan standar, dan formula yang paling disukai oleh panelis adalah formula FII (ekstrak 10 %, pelarut akuades) dan FIV (fraksi etanol 10 %, pelarut akuades).

Kata kunci: brazilin, isolasi, kayu secang (*Caesalpinia sappan* L.), lipstik.

ABSTRACT

Brazilwood (*Caesalpinia sappan* L.) has traditionally been used as a food dye, health drink and as a traditional medicine. Natural dyestuff component of brazilwood can be utilized in cosmetic formulations, such as lipstick. This study aimed to find out the right eluent to obtain brazilin from brazilwood and to determine the quality of lipstick formula using ethanol extract, ethanol fraction, and brazilin isolate. Brazilwood simplicia is macerated with 96 % ethanol, then partitioned using *n*-hexane. The ethanol fraction was then applied using vacuum column chromatography with silica gel 60 as stationary phase and various eluent: chloroform, chloroform:methanol (5:1), and methanol. This step yielded 5 fractions (FC, FCM1, FCM2, and FM). FM isolate was separated using gravitation column chromatography with silica gel 60 as stationary phase and dichloromethane:ethyl acetate (1:1) and methanol as eluent, yielded 5 fractions (FDEA1-5). FDEA 5 isolate then separated using TLC preparative with dichloromethane:ethyl acetate (1:1) as eluent, yielded 7 isolates (S1-7). S2 isolate was separated again using TLC preparative with the best eluent (chloroform:ethyl acetate (3.5:6.5)) yielded 4 isolates (SS1-4), then purity test was performed. SS1 isolate were characterized using NMR-¹H showed a proton chemical shift in aromatic area at 6.3-8.5 ppm and hydroxyl proton at 9.5 ppm. Extracts, fractions, and brazilin isolates from brazilwood are then formulated into lipstick. Evaluation of lipstick included ageing stability, organoleptic test, melting point test, pH test, breaking point test, homogeneity test, and acceptance test. The results showed that the five formula of lipstick produce color with a soft texture, had a melting point, pH, hardness and homogeneity that qualify according to standard requirements and the most favored formulas by the panelists are formulas FII (10 % extract dissolved in aquadest) and FIV (10 % fraction dissolved in aquadest)

Keywords: brazilin, brazilwood (*Caesalpinia sappan* L.), isolation, lipstick.

1. PENDAHULUAN

Tumbuhan secang (*Caesalpinia sappan* L.) merupakan salah satu tumbuhan yang secara tradisional telah digunakan masyarakat khususnya di Kalimantan Barat sebagai minuman kesehatan. Komponen senyawa bioaktif yang terkandung dalam kayu secang adalah minyak atsiri, alkaloid, flavonoid, saponin, tannin, dan terpenoid (Dianasari, 2009). Senyawa bioaktif diantaranya brazilin (C₁₆H₁₄O₅), brazilin (C₁₆H₁₂O₅), resorsin (C₆H₆O₂), 3'-O-metilbrazilin, sappanon A (C₁₆H₁₂O₅), kalkon (C₁₅H₁₂O), dan sappankalkon (C₁₅H₁₂O₅) (Lioe *et al.*, 2012).

Berbagai penelitian telah dilakukan untuk menguji manfaat kayu secang, diantaranya efek antigenotoksis terhadap paparan zat karsinogenik pada dosis 500 mg/kgBB dan 1000 mg/kgBB (Sugianto, dkk., 2012), sebagai antikanker dengan penghambatan enzim *vaccinia*-kinase 1 (VRK1) (Kim *et al.*, 2014), sebagai antitrombosis dan bertindak sebagai reseptor *novel collagen* (Chang *et al.*, 2013). Selain penelitian manfaat terapeutik kayu secang, juga telah dilakukan penelitian dalam bidang kosmetik, namun penelitian yang dilakukan hanya sebatas formulasi menggunakan ekstrak dan bukan isolat maupun fraksi, diantaranya formulasi lipstick

berbasis *gel* menggunakan kombinasi ekstrak kayu secang dan madu longan (Winjai *et al.*, 2012) serta formulasi lipstik menggunakan ekstrak kayu secang sebagai zat warna (Falya, 2016).

Kandungan brazilin dalam kayu secang memberikan warna yang khas pada kayu secang, ekstrak etanol dan metanol kayu secang menghasilkan warna coklat kemerahan dan menghasilkan warna merah cerah ketika dilarutkan dalam air (Lio *et al.*, 2012). Hasil penelusuran literatur menunjukkan bahwa ekstrak kayu secang dalam pelarut etanol 70 % (berwarna merah) ditambahkan pada larutan dapar pH 3,8-6,2 menjadi berwarna kuning lemah (jernih), pH 7,0-8,6 menjadi berwarna merah muda, pada pH 8,6-9,4 berwarna jingga, dan pada pH 10,9-12 larutan berwarna merah muda (Padmaningrum, dkk., 2012). Perubahan warna yang dihasilkan merupakan keunggulan kayu secang untuk menghasilkan variasi warna dalam sediaan kosmetik dekoratif, terutama sediaan lipstik (Harry, 2000).

Formula lipstik menggunakan brazilin harus aman saat diaplikasikan pada bibir. Penelitian sebelumnya menunjukkan bahwa aktivitas toksisitas akut ekstrak etanol kayu secang menunjukkan nilai LD₅₀ sebesar 44,800 mg/kgBB tikus, pemberian secara oral, serta nilai LD₅₀ pada penggunaan lokal pada kosmetik dekoratif bibir adalah sebesar >2,000 mg/kgBB tikus, menunjukkan bahwa ekstrak tidak mengiritasi dan aman digunakan pada kulit (Nugroho & Soeradi, 2002).

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui eluen yang tepat untuk memperoleh brazilin dari kayu secang (*Caesalpinia sappan* L.) dan menentukan kualitas formula sediaan lipstik batang menggunakan ekstrak etanol, fraksi etanol, dan isolat brazilin dari kayu secang (*Caesalpinia sappan* L.)

2. METODE PENELITIAN

Alat

Alat-alat yang digunakan adalah peralatan kaca, pipet ukur, botol gelap bertutup, neraca analitik, kertas saring, *rotary evaporator*, bejana maserasi, *chamber*, pelat KLT silika gel 60 F₋₂₅₄, pelat KLT preparatif silika gel 60 F₂₅₄ (Merck), kromatografi kolom vakum (KKV), kolom kromatografi kolom gravitasi (KKG), *pH-meter* (ATC pH-2011), *Nuclear Magnetic Resonance*/NMR-¹H, pencetak lipstik, wadah lipstik (*roll-up*), termometer, oven (*Gemmyco Digital #YCO-N01*) dan penangas air.

Bahan

Bahan yang digunakan adalah kayu secang (*Caesalpinia sappan* L.), metanol, etanol 96 %, diklorometana, *n*-heksana, etil asetat, kloroform, silika gel, FeCl₃ 1 %, minyak zaitun, lilin *carnauba*, malam putih, setil alkohol, vaselin kuning, BHT, natrium benzoat, trietanolamina, dan lesitin.

Prosedur Penelitian

Penyiapan dan Pengolahan Sampel

Kayu secang (*Caesalpinia sappan* L.) diperoleh dari Desa Sungai Pangkalan, Kecamatan Sungai Raya, Kabupaten Bengkayang, Kalimantan Barat. Determinasi tumbuhan dilakukan di Pusat Penelitian Botani Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia, Bogor, Indonesia. Sebanyak 6 kg kayu secang (*Caesalpinia sappan* L.) diserut dan diserbukkan sampai didapatkan serbuk kasar kayu secang (5.487,94 g).

Ekstraksi

Proses ekstraksi dimodifikasi dari penelitian Hangoluan (2011). Kayu secang (*Caesalpinia sappan* L.) dimaserasi menggunakan etanol 96 % sebanyak 30 L. Ekstrak kemudian dikentalkan menggunakan *rotary evaporator* (247,89 g), kemudian diekstraksi cair-cair menggunakan *n*-heksana teknis dan etanol (1:1). Hasil partisi ekstrak yang diperoleh selanjutnya disebut fraksi etanol (FE) dan fraksi *n*-heksana (FN). Fraksi etanol yang diperoleh sebanyak 88,99 g diuapkan menggunakan *rotary evaporator* sehingga didapatkan fraksi etanol kental sebanyak 77,51 g.

Pemisahan dan Pemurnian

1. Kromatografi kolom vakum (KKV)

Fraksi kental etanol (FE) ditimbang sebanyak 10 g, dielusi menggunakan gradien eluen, yaitu: kloroform (100 %), kloroform:metanol (5:1), dan metanol (100 %), diperoleh 21 fraksi (FE1-21). Fraksi dengan pola noda yang sama kemudian digabungkan sehingga didapatkan 4 fraksi (FC, FCM1, FCM2, dan FM). Identifikasi menggunakan KLT silika gel 60 F₂₅₄ (tebal: 0,2 mm, ukuran pelat: 10x1 cm, jarak elusi: 8,5 cm) dengan eluen kloroform:metanol (5:1) serta dideteksi menggunakan lampu UV pada λ 254 dan 366 nm.

2. Kromatografi kolom gravitasi (KKG)

Fraksi metanol (FM) ditimbang sebanyak 5 g, dielusi menggunakan eluen terbaik hasil identifikasi menggunakan KLT, yaitu: diklorometana:etil asetat (1:1) dan

metanol (100 %). Dikumpulkan hasil KKG ke dalam vial (FMDE1-121). Dilakukan identifikasi menggunakan KLT silika gel 60 F₂₅₄ (tebal: 0,2 mm, ukuran pelat: 10x1 cm, jarak elusi: 8,5 cm) dengan eluen diklorometana:etil asetat (1:1) serta dideteksi menggunakan lampu *UV* pada λ 254 dan 366 nm. Fraksi dengan pola noda yang sama kemudian digabungkan (FDEA1-5).

3. KLT preparatif

Fraksi FDEA5 dilakukan KLT preparatif menggunakan eluen diklorometana:etil asetat (1:1). Deteksi dilakukan menggunakan lampu *UV* pada λ 366 nm. Pemisahan sampel menghasilkan 7 (tujuh) pola noda (S1-7). Terhadap senyawa S2 (76,50 mg) dilakukan KLT menggunakan eluen kloroform:etil asetat (3,5:6,5) dideteksi keberadaan senyawa fenolik yang terkandung dengan reagen semprot FeCl₃ 1 %, kemudian dideteksi menggunakan lampu *UV* pada λ 366 nm. Selanjutnya terhadap senyawa S2 (36,50 mg) dipisahkan kembali menggunakan KLT preparatif d menggunakan eluen kloroform:etil asetat (3,5:6,5). Deteksi dilakukan menggunakan lampu *UV* pada λ 366 nm. Pemisahan sampel menghasilkan 4 (empat) pola noda (SS1-4)

Uji Kemurnian

Isolat hasil KLT preparatif diuji kemurniannya dengan KLT satu dimensi menggunakan eluen kloroform (100 %), etil asetat (100 %), diklorometana (100 %), etil asetat:kloroform (1:1), dan etil asetat:diklorometana (1:1) dan KLT dua dimensi menggunakan eluen I (metanol 100 %) dan eluen II (diklorometana 100 %).

Elusidasi Struktur Brazilin

Isolat murni yang diperoleh dielusidasi struktur menggunakan teknik analisis instrumentasi menggunakan *Nuclear Magnetic Resonance*/NMR-¹H (Kim *et al.*, 2014).

Rancangan Formula Lipstik Batang

Setiap 3 g formula mengandung:

Tabel 1. Rancangan formula lipstik batang

Nama Bahan	Formula (%)						Rentang Konsentrasi (%)	Kegunaan
	Ekstrak		Fraksi Etanol		Isolat	Kontrol		
	I*	II**	III*	IV**	V**	K		
Brazilin	10	10	10	10	0,35	-	0-15	Bahan aktif Basis lipstik; pengkilap dan pembentuk kekerasan.
Lilin <i>carnauba</i>	5	5	5	5	5	5	3-5	
Malam putih	20	20	20	20	20	20	5-20	Basis lipstik; pengkilap dan pembentuk kekerasan.
Minyak zaitun	30	30	30	30	30	30	ad 30	Pelembab dan pelembut
Setil alkohol	7	7	7	7	7	7	2-10	<i>Stiffening agent</i>
Butilhidroksitoluen (BHT)	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0075-0,1	Antioksidan
Natrium benzoat	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,1-0,5	Pengawet
Lesitin	3	3	3	3	3	3	0,25-10	Surfaktan
Trietanolamina	5	5	5	5	5	-	0-5	Humektan dan pendapar
Vaselin kuning	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100	10 – 30	Pelembab dan pelembut

Keterangan : *sampel dilarutkan dalam etanol 96 %
 **sampel dilarutkan dalam akuades

Pembuatan Lipstik Batang

Ekstrak etanol, fraksi etanol, dan isolat brazilin ditambahkan TEA. Natrium benzoat dilarutkan dalam air panas (100 °C). BHT yang telah digerus, dilarutkan dalam minyak zaitun, ditambahkan lesitin, ekstrak etanol, fraksi etanol, dan isolat brazilin (dalam TEA) serta natrium benzoat yang telah dilarutkan. Campuran diaduk hingga homogen (campuran A). Lilin *carnauba*, malam putih, vaselin kuning, dan setil alkohol dilebur di atas penangas air pada suhu maksimum 90 °C (campuran B). Campuran A dan B dicampur hingga homogen. Selagi cair dimasukkan ke dalam cetakan lipstik. Setelah membeku, masa lipstik dikeluarkan dari cetakan dan dimasukkan ke dalam wadah (*roll up* lipstik) (Schrader & Domsch, 2005).

Pengujian Kualitas Lipstik batang

1. *Ageing stability*

Sediaan lipstik disimpan di dalam lemari pendingin ($5,0 \pm 1,0$ °C) selama 1 (satu) jam, kemudian disimpan pada suhu kamar selama 48 jam (Fernandes *et al.*, 2013).

2. Pemeriksaan organoleptis

Warna, bau dan tekstur lipstik diamati secara visual (Fernandes *et al.*, 2013).

3. Pemeriksaan titik lebur

Pengamatan titik lebur dilakukan dengan cara dimasukkan masa lipstik (200 mg) ke dalam oven pada suhu awal 50 °C selama 15 menit. Suhu dinaikkan 1 °C setiap 15 menit dan diamati pada suhu berapa masa lipstik mulai melebur (Adliani, dkk., 2012).

4. Penentuan pH

Masa lipstik dibuat dalam konsentrasi 1 % (dilarutkan dalam *n*-heksana). Dilakukan penentuan nilai pH lipstik menggunakan pH meter (Fernandes *et al.*, 2013).

5. Pemeriksaan kekuatan lipstik

Pengamatan dilakukan terhadap kekuatan lipstik dengan cara lipstik diletakkan horizontal, digantungkan beban seberat 10 g pada jarak kira-kira ½ inci dari tepi lipstik. Berat beban ditambah 10 g tiap 30 detik sampai lipstik patah (Deshmukh *et al.*, 2013).

6. Uji homogenitas

Sampel lipstik dioleskan pada *slide* kaca, kemudian diamati homogenitas warna hasil pengolesan secara visual dan dengan mikroskop (pembesaran 400x) (Deshmukh *et al.*, 2013).

Analisis Data

Data yang diperoleh disajikan dalam tabel, selanjutnya dianalisis secara statistik menggunakan metode Anova satu arah (*One Way Anova*). Jika hasil uji Anova menunjukkan nilai *probability* <0,05 maka dilanjutkan menggunakan *Least Significant Different* (LSD)/ Uji T (*T-test*) untuk melihat apakah terdapat perbedaan bermakna antar formula lipstik.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Tahap Preparasi

Kayu secang (6 kg) dibersihkan, dikeringanginkan sehingga didapatkan simplisia kering kayu secang dengan kadar air sebesar 6,43 %.

Ekstraksi

Ekstraksi kayu secang dilakukan dengan cara maserasi menggunakan pelarut etanol 96 %, dipisahkan dengan *rotary evaporator*, diperoleh ekstrak sebanyak 247,89 g dengan rendemen sebesar 4,52 %. Ekstrak kental etanol seberat 92,95 g dipartisi menggunakan *n*-heksana. Fraksi etanol (FE) dikentalkan menggunakan *rotary evaporator* dan diperoleh fraksi kental seberat 77,51 g, dengan rendemen sebesar 1,62 %.

Karakteristik Ekstrak, Fraksi dan Isolat Brazilin

Adapun karakteristik dari ekstrak etanol kayu secang, fraksi etanol kayu secang dan isolat brazilin adalah sebagai berikut:

Tabel 2. Karakteristik ekstrak etanol, fraksi etanol dan isolat brazilin dari kayu secang

Sampel	Karakteristik		
	Warna	Bau	Bentuk
Ekstrak etanol	Jingga kecoklatan	Khas	Ekstrak kental
Fraksi etanol	Jingga kecoklatan	Khas	Fraksi kental
Isolat (SS1 dan SS2)	Jingga	Khas	Amorf

Pemisahan dan Pemurnian

Pemisahan dan pemurnian senyawa brazilin dilakukan dengan metode KKV, KKG, dan KLT preparatif. Fraksi FE (10 g) dipisahkan dengan metode KKV menggunakan gradien eluen, yaitu kloroform, kloroform:metanol (5:1) dan metanol, diperoleh 21 fraksi (FE1-21). Tiap fraksi dianalisis secara KLT dengan fase gerak kloroform:metanol (5:1), menghasilkan 4 fraksi gabungan (FC, FCM1, FCM2, dan FM). Fraksi FM (dengan pola noda berpendar biru-hijau) diaplikasikan menggunakan KKG menggunakan fase gerak diklorometana:etil asetat (1:1) dan metanol. Hasil KKG diperoleh 121 fraksi. Setelah itu diperlakukan KLT dengan fase gerak diklorometana:etil asetat (1:1) menghasilkan 5 fraksi (FDEA1-5) yang menunjukkan pola pemisahan yang berbeda. Fraksi FDEA5 yang berwarna ungu dengan pola noda berpendar biru-hijau pada lampu UV pada λ 366 nm dilakukan pemisahan

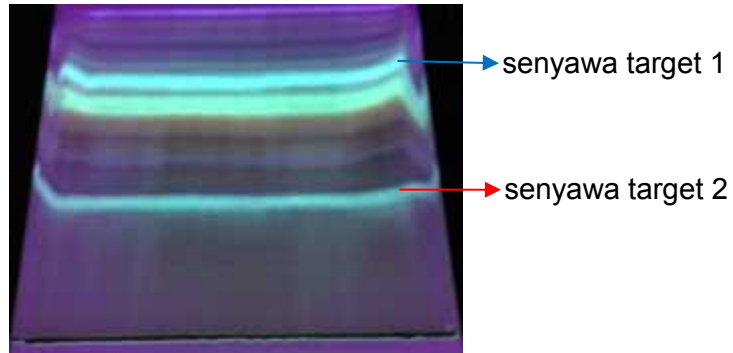
dengan metode KLT preparatif dengan fase diam silika gel 60 F₂₅₄ dengan eluen diklorometana:etil asetat (1:1). Hasil KLT preparatif diperoleh 7 senyawa yang menunjukkan pola pemisahan yang berbeda (S1-S7).

Terhadap senyawa S2 yang memberikan warna coklat dengan warna biru-hijau yang tertutupi oleh warna coklat, dilakukan pemisahan kembali menggunakan menggunakan KLT preparatif. Profil KLT dengan eluen terpilih (kloroform:etil asetat (3,5:6,5)) yang menghasilkan keterpisahan paling baik kemudian dideteksi keberadaan senyawa fenolik yang terkandung dengan reagen semprot FeCl₃ 1 %, kemudian dideteksi menggunakan lampu UV pada λ 366 nm. Hasil kromatogram secara visual memberikan warna kuning pada senyawa fenolik dengan profil KLT menggunakan lampu UV pada λ 366 nm menghasilkan 4 (empat) noda yang menunjukkan senyawa 1 (Rf 0,31), senyawa 2 (Rf 0,43), senyawa 3 (Rf 0,56), dan senyawa 3 (Rf 0,67). Penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Hangoluan (2011) menunjukkan bahwa senyawa brazilin terdeteksi pada harga Rf 0,54.



Gambar 1. Profil KLT senyawa S2 dengan eluen kloroform:etil asetat (3,5:6,5), (a) penampakan visual sebelum diemprot dengan FeCl₃ 1 %, (b) penampakan pada UV λ 366 nm sebelum disemprot dengan FeCl₃ 1 %, (c) penampakan visual setelah disemprot dengan FeCl₃ 1 %, (d) penampakan pada UV λ 366 nm sesudah disemprot dengan FeCl₃ 1 %

Hasil KLT preparatif menggunakan fase diam silika gel 60 F₂₅₄ dengan eluen kloroform:etil asetat (3,5:6,5) diperoleh 4 senyawa yang menunjukkan pola pemisahan yang berbeda (Gambar 2).



Gambar 2. Profil kromatogram KLT preparatif (silika gel 60 F₂₅₄, fase gerak kloroform:etil asetat (3,5:6,5), tebal 0,2 mm, ukuran pelat 20x20 cm, jarak elusi 18,5 cm) senyawa S2 deteksi menggunakan lampu UV pada λ 366 nm

Data 4 senyawa yang memiliki pola pemisahan yang berbeda dari senyawa S2 pemisahan menggunakan KLT preparatif disajikan pada Tabel 3.

Tabel 3. Data 4 senyawa dari senyawa S2 hasil pemisahan KLT preparatif

No	Senyawa	Kode senyawa	Bobot	Bentuk	Rf	Warna senyawa pada deteksi lampu UV pada λ 366 nm
1	Senyawa 1	SS1	8 mg	Amorf	0,69	Biru-hijau
2	Senyawa 2	SS2	9 mg	Amorf	0,34	Biru-hijau
3	Senyawa 3	SS3	8 mg	Amorf	0,65	Hijau-kuning
4	Senyawa 4	SS4	11 mg	Amorf	0,45	Jingga-ungu

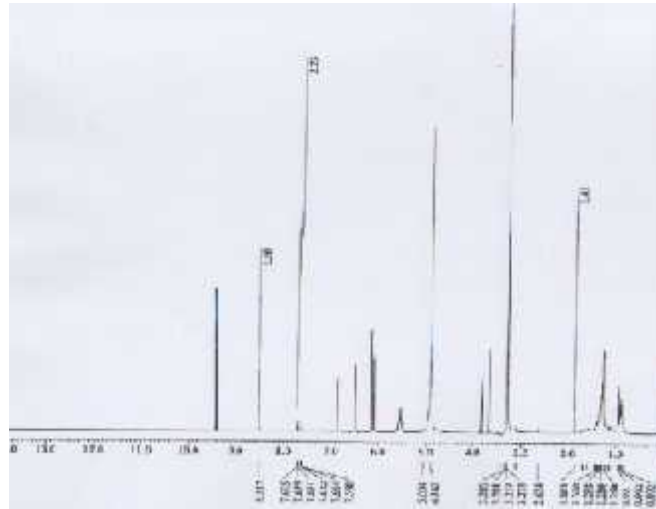
Uji Kemurnian

Terhadap senyawa target 1 (SS1) dan senyawa target 2 (SS2) dilakukan uji kemurnian menggunakan metode KLT 1 dimensi dan 2 dimensi, menggunakan berbagai eluen, yaitu: KLT 1 dimensi menggunakan eluen kloroform (100 %), etil asetat (100 %), diklorometana (100 %), etil asetat:kloroform (1:1), dan etil asetat:dikloro metana (1:1); KLT 2 dimensi menggunakan eluen I (metanol 100 %) dan eluen II (diklorometana 100 %). Deteksi dilakukan menggunakan lampu UV pada λ 254 dan 366 nm. Profil kromatogram lapis tipis pada senyawa target 1 (SS1) menunjukkan adanya noda tunggal pada eluen kloroform (100 %) dengan nilai Rf = 0,71 dan pada eluen diklorometana (100 %) dengan nilai Rf = 0,67 dan pada senyawa target 2 (SS2) menunjukkan noda tunggal pada eluen diklorometana (100 %) dengan nilai Rf = 0,67. Profil kromatogram lapis tipis pada senyawa target 1 (SS1) menggunakan eluen I (metanol 100 %) dan eluen II (diklorometana 100 %) menunjukkan adanya noda tunggal dengan nilai Rf = 0,67 dan Rf = 0,28 dan pada

senyawa target 2 (SS2) menggunakan eluen I (metanol 100 %) dan eluen II (diklorometana 100 %) juga menunjukkan adanya noda tunggal dengan nilai $R_f = 0,67$ dan $R_f = 0,34$.

Identifikasi Isolat SS1 dengan Spektroskopi NMR-¹H

Isolat SS1 setelah dilakukan uji titik leleh menunjukkan titik leleh isolat pada rentang 145-147 °C dan uji fitokimia positif senyawa fenolik. Selanjutnya isolat dilakukan analisis dengan spektroskopi NMR-¹H (metanol-*d*₄, 500 MHz). Adapun spektrumnya disajikan pada Gambar 3.



Gambar 3. Spektrum NMR-¹H isolat SS1 (metanol-*d*₄, 500 MHz)

Berdasarkan spektrum NMR-¹H tersebut terlihat adanya pergeseran kimia proton di daerah aromatik yaitu 6,3-8,5 ppm dan proton hidroksil pada 9,5 ppm. Selain itu spektrum ini jika dibandingkan dengan spektrum senyawa brazilin yang terdapat pada *database* SDBS Japan terlihat banyak kemiripan. Sehingga diprediksi isolat SS1 merupakan brazilin.

Formulasi Lipstik Batang dari Ekstrak, Fraksi, dan Isolat Brazilin

Lipstik dibuat menjadi enam formula, dimana variasi warna yang dihasilkan dari formulasi sediaan lipstik menggunakan ekstrak, fraksi, dan isolat brazilin kayu secang dipengaruhi oleh pigmen warna alami brazilin. Penambahan TEA pada formula lipstik batang meningkatkan penampilan lipstik dan mempercerah warna yang dihasilkan. Penampilan fisik formula lipstik disajikan pada Gambar 4.



Gambar 4. Lipstik batang

- Keterangan :
- FI : Ekstrak etanol 10 % dilarutkan dengan etanol
 - FII : Ekstrak etanol 10 % dilarutkan dengan akuades
 - FIII : Fraksi etanol 10 % dilarutkan dengan etanol
 - FIV : Fraksi etanol 10 % dilarutkan dengan akuades
 - FV : Isolat brazilin 0,35 % dilarutkan dengan akuades
 - FK : Formula basis tanpa zat warna

Pemeriksaan mutu lipstik, meliputi: *ageing stability*, pemeriksaan organoleptis, penentuan titik lebur, penentuan pH, pemeriksaan kekuatan lipstik, dan uji homogenitas. Hasil evaluasi tersaji pada Tabel 4.

Tabel 4. Hasil evaluasi sediaan lipstik

Parameter evaluasi	FI	FII	FIII	FIV	FV	FVI
Organoleptis	Merah	Merah	Ungu- jingga	Ungu	Ungu	Putih susu
- Warna :						
- TP	tua-ungu	tua-ungu	Ungu muda	Ungu	Ungu	Tidak berwarna
- P	Merah	Merah				
Tekstur	Lembut	Lembut	Lembut	Lembut	Lembut	Lembut
Titik Lebur (°C)	50,67	60,33	61,00	61,00	55,33	56,00
pH	5,60	5,40	5,30	5,50	4,97	4,97
Kekuatan (g)	60	70	70	70	50	50
Homogenitas	Homogen	Homogen	Homogen	Homogen	Homogen	Homogen

- Keterangan :
- FI : Ekstrak etanol 10 % dilarutkan dengan etanol
 - FII : Ekstrak etanol 10 % dilarutkan dengan akuades
 - FIII : Fraksi etanol 10 % dilarutkan dengan etanol
 - FIV : Fraksi etanol 10 % dilarutkan dengan akuades
 - FV : Isolat brazilin 0,35 % dilarutkan dengan akuades
 - FK : Formula basis tanpa zat warna
 - P : Pengolesan
 - TP : Tanpa pengolesan

Penentuan Titik Lebur

Penentuan titik lebur dilakukan untuk mengetahui kualitas lipstik batang yang dihasilkan, dilihat dari ketahanan lipstik batang dari proses pelembutan masa lipstik akibat pengaruh suhu. Analisis data menggunakan uji parametrik *One Way Anova* dengan taraf kepercayaan 95 %, didapatkan hasil yang signifikan ($P < 0,05$), maka

dapat disimpulkan bahwa rata-rata titik lebur antar formula lipstik berbeda signifikan. Setelah uji *One Way Anova* kemudian dilanjutkan dengan uji *Post Hoc Least Significance Difference* (LSD) yang menunjukkan bahwa formula basis berbeda signifikan dengan formula FI-FIV ($P < 0,05$). Hal ini menunjukkan bahwa semua formula lipstik yang dibuat memenuhi persyaratan titik lebur.

Penentuan pH

Uji pH dilakukan untuk mengetahui pH dari sediaan lipstik yang dihasilkan. pH yang diinginkan adalah mendekati pH bibir yaitu 4,2-5,6 (Ali & Yosipovitch, 2013). Pengujian pH merupakan salah satu cara untuk menilai iritasi (uji iritasi) (Salvador dan Chisvert, 2007). Data dianalisis menggunakan uji parametrik *One Way Anova* didapatkan hasil yang signifikan ($P < 0,05$), maka dapat disimpulkan bahwa rata-rata nilai pH antar formula lipstik berbeda signifikan. Uji dilanjutkan dengan *Post Hoc LSD* dimana nilai pH semua sediaan lipstik (FI-FIV) menunjukkan hasil berbeda signifikan terhadap formula basis ($P < 0,05$). Kelima formula lipstik memenuhi persyaratan dengan rentang pH 4,97-5,6.

Pemeriksaan Kekuatan Lipstik

Pemeriksaan kekuatan lipstik dilakukan untuk mengetahui kekuatan dan ketahanan sediaan lipstik selama distribusi dan pemakaian. Kekuatan lipstik batang dipengaruhi oleh konsentrasi basis lilin dan basis vaselin yang ditambahkan dalam formula. Hasil di atas menunjukkan kekuatan yang baik dari lipstik.

Uji Homogenitas

Uji homogenitas dimaksudkan untuk melihat kehomogenan lipstik secara visual dan setelah diaplikasikan pada bibir. Sediaan lipstik dikatakan homogen apabila tidak terdapat butir-butir kasar atau *grity* ketika dioleskan pada *slide* kaca/kaca objek. Adanya butir-butir kasar tersebut menandakan sediaan lipstik tidak homogen karena tidak terdispersinya komponen lipstik (Paye *et al*, 2001). Hasil uji menunjukkan bahwa formula lipstik yang memenuhi persyaratan homogenitas adalah formula FII-FIV.

4. SIMPULAN

Adapun yang menjadi kesimpulan dari penelitian ini adalah pemilihan eluen pada isolasi brazilin dari kayu secang dengan teknik kromatografi adalah dengan

modifikasi eluen, dimana eluen terbaik adalah kloroform:etil asetat (3,5:6,5). Formula lipstik batang menggunakan ekstrak dan fraksi etanol kayu secang (dengan variasi dispersi sampel menggunakan etanol dan akuades) serta isolat brazilin menghasilkan warna pada sediaan lipstik dan setelah lipstik dioleskan, menghasilkan tekstur yang lembut serta memiliki titik lebur dengan rentang 55,3-61 °C, pH dengan rentang 4,97-5,6 dan homogenitas baik (pada formula FII-V) memenuhi persyaratan sesuai standar kulaitas lipstik batang.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis meucapkan terima kasih kepada orang tua dan suami penulis atas dukungan moril dan materil serta do'anya, Dr. Ari Widiyantoro, M.Si selaku pembimbing I dan Dr. Andi Hairil Alimuddin, M.Si selaku pembimbing II yang memberikan bimbingan dalam proses penulisan Tesis ini, serta Direktur, Pembantu Direktur I, II, dan III, dosen serta staf Akademi Farmasi Yarsi Pontianak atas batuan moril dan materil.

DAFTAR PUSTAKA

- Adliani, N., Nazliniwaty, dan Purba, D., 2012, Formulasi Lipstik Menggunakan Zat Warna Dari Ekstrak Bunga Kecombrang (*Etilingera elatior* (Jack) R.M.Sm.), *J. of Pharmaceutics and Pharmacology*, 1 (2): 89-90.
- Ali, S.M. and Yosipovitch G., 2013, *Skin pH: From Basic Science to Basic Skin Care*, Acta Derm Venereol.
- Chang, Y., Huang, S.K.H., Lu, W.J., Chen, W.L., Lin, K.H. and Sheu, J.R., 2013, Brazilin Isolated From *Caesalpinia sappan* L. Acts As A Novel Collagen Receptor Agonist In Human Platelets, *J. Biomed. Sc.*, 20:4, 1, 7.
- Deshmukh, S., Chavan, M., Sutar, M. and Singh, S., 2013, Preparation And Evaluation of Natural Lipstiks From *Bixa orellana* Seeds, *International J. Pharma and Bio Sc.*, ISSN 0975-6299.
- Dianasari, N., 2009, Uji Aktivitas Antibakteri Ekstrak Etanol Kayu Secang (*Caesalpinia sappan* L.) Terhadap *Staphylococcus aureus* dan *Shigella dysentriae* Serta Bioautografinya, *Skripsi*, Fakultas Farmasi, Universitas Muhammadiyah Surakarta, Surakarta.

- Falya, Y., 2016, Formulasi Lipstik Batang Menggunakan Ekstrak Etanol Kayu Secang (*Caesalpinia sappan* L.), *Karya Tulis Ilmiah*, Akademi Farmasi Yarsi Pontianak, Pontianak.
- Fernandes, A.R., Dario, M.R., Aparecida, C., Kaneko, T.M., Baby, A.R., Velasco, M.V.R., 2013, Stability evaluation of organic Lip Balm, *Brazilian J. Pharm. Sc.* ISSN 1984-8250, No.2, **49**, 293-299.
- Hangoluan, B.Y.M., 2011, Pengembangan Metode Isolasi Brazilin Dari Kayu Secang (*Caesalpinia sappan*), *Skripsi*, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- Harry, R.G., 2000, *Harry's Cosmeticology*, 8th ed, Chemical Publishing Co., Inc., New York.
- Kim, S.H., Lyu, H.N., Kim, S., Jeon, Y.H., Kim, W., Lim, J.K., Lee, H.W., Baek, N.I., Choi, K.Y., Lee, J.T. and Kim, K.T., 2014, Brazilin Isolated From *Caesalpinia sappan* Suppresses Nuclear Envelope Reassembly By Inhibiting BAF Phosphorylation, *ASPET J.*
- Lioe, H.N., Adawiyah, D.R. and Anggraeni, R., 2012, Isolation and Characterization of The Major Natural Dyestuff Component of Brazilwood (*Caesalpinia sappan* L.), *Intl. Food Research J.*, **19**(2), 537-532.
- Nugroho, Y.N. dan Soeradi, O., 2002, Toksisitas Akut dan Efek Pemberian Ekstrak Etanol Kayu Secang (*Caesalpinia sappan* L.) Terhadap Struktur Anatomi Tubulus Seminiferus Testis Tikus Putih, *J. Bahan Alam Indonesia* ISSN 1412-2855, No. 1, **1**, 35-36.
- Padmaningrum, R.T., Marwati, S. dan Wiyarsi, A., 2012, Karakter Ekstrak Zat Warna Kayu Secang (*Caesalpinia sappan* L.) Sebagai Indikator Titrasi Asam Basa, *Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Yogyakarta*, Yogyakarta.
- Paye, M., Barel, A.O., Maibach, H.I., 2001, *Handbook of Cosmetic science and Technology*, 2nd ed, Marcel dekker. Inc., New York.
- Schrader, K. and Domsch, A., 2005, *Cosmetology-Theory and Practitice*, Vol III, Verlag Chemihe Industrie, Augsburg.
- Winjai, C., Sirisa, A.P. and Chantawannakul, P., 2012, Formulation Development of Gel-Based Lipstik Containing Longan Honey and Natural Color Extracted From Sappan Wood and Roselle, *Chiangmai University Research Abstracts*, 400.