

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Jenis Penelitian**

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimental yang dilakukan di Laboratorium Teknologi Farmasi. Penelitian ini dilakukan dengan membuat sediaan *clay mask* ekstrak etanol 70% daun Murbei (*Morus alba* L.) dengan variasi konsentrasi kaolin dan bentonit yang berbeda serta mengevaluasi karakteristik sediaan masker *clay* meliputi uji organoleptis, homogenitas, pH, viskositas, daya sebar, dan waktu mengering, serta stabilitas fisiknya.

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

Penelitian ini dilakukan pada bulan Februari – April 2024 di Laboratorium Bahan Alam dan Laboratorium Teknologi Farmasi Universitas Borneo Lestari.

#### **3.3 Populasi dan Sampel**

##### **3.3.1 Populasi**

Tanaman Murbei (*Morus alba* L.) yang diperoleh dari daerah Landasan Ulin Timur, Kota Banjarbaru, Kalimantan Selatan.

##### **3.3.2 Sampel**

Sampel dalam penelitian ini adalah daun Murbei (*Morus alba* L.) yang diperoleh dari daerah Landasan Ulin Timur, Kota Banjarbaru, Kalimantan Selatan. Daun yang diambil adalah daun segar dan tidak

cacat, berwarna hijau tua, pengambilan dimulai pada helai daun ke lima dari pucuk (Wirastuty, 2019).

### **3.4 Variabel Penelitian**

#### **3.4.1 Variabel Bebas**

Variabel bebas pada penelitian ini adalah variasi konsentrasi kaolin dan bentonit pada sediaan *clay mask* ekstrak etanol 70% daun Murbei (*Morus alba* L.).

#### **3.4.2 Variabel Terikat**

Variabel terikat pada penelitian ini adalah karakteristik fisik meliputi uji organoleptis, uji homogenitas, uji pH, uji viskositas, uji daya sebar, dan uji waktu mengering, serta stabilitas fisik sediaan.

### **3.5 Alat dan Bahan**

#### **3.5.1 Alat**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu alat-alat gelas (*Pyrex*®), mortar dan stamper, hotplate, ayakan mesh 40, pH meter (YY-1030), timbangan digital (OHAUS®), *rotary evaporator* (IKA® RV 10), *waterbath* (Mettler), viskometer *Brookfield*, *blender* (Philips), *hot plate*, lemari pendingin (SHARP®), termometer suhu (One Med).

#### **3.5.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah simplisia daun Murbei, etanol 70% (CV. Pandu Medikal), kaolin (CV.

Subur Kimia Jaya), bentonit (CV. Subur Kimia Jaya), gliserin (CV. Pandu Medikal), *xanthan gum* (CV. Subur Kimia Jaya), *rose oil* (CV. Subur Kimia Jaya), TEA (CV. Kimia Jaya Abadi), *phenoxyetanol* (CV. Subur Kimia Jaya), aquades (CV. Pandu Medikal).

### **3.6 Prosedur Penelitian**

#### **3.6.1 Pengambilan Sampel**

Tanaman Murbei (*Morus alba* L.) diperoleh dari daerah Landasan Ulin Timur, Kota Banjarbaru, Kalimantan Selatan. Bagian tanaman yang diambil adalah bagian daunnya sebanyak 2 kg diambil pada bulan Januari 2024. Daun yang diambil adalah daun segar dan tidak cacat, berwarna hijau tua, pengambilan dimulai pada helai daun ke lima dari pucuk, karena diharapkan diperoleh kandungan kimia yang sudah optimal (Wirastuty, 2019; Diniatik, 2015).

#### **3.6.2 Determinasi Tanaman**

Sampel daun Murbei (*Morus alba* L.) di determinasi di Laboratorium Dasar FMIPA Universitas Lambung Mangkurat Banjarbaru, Kalimantan Selatan.

#### **3.6.3 Pembuatan Simplisia**

Daun Murbei sebanyak 2 kg disortasi basah lalu dicuci dengan air mengalir untuk menghilangkan kotoran atau partikel yang menempel pada daun. Selanjutnya dilakukan perajangan untuk memudahkan dalam proses pengeringan dan penyerbukan daun, lalu

dikeringkan dengan cara dijemur dibawah sinar matahari dan ditutupi menggunakan kain hitam, hal ini bertujuan untuk menghalangi sinar matahari agar tidak langsung mengenai daun sehingga kerusakan zat aktif karena cahaya dapat diminimalkan (Wijaya & Noviana, 2022). Pengeringan dimulai pukul 08.00–10.00 WITA selama 3–4 hari sampai diperoleh simplisia kering. Kemudian dilakukan sortasi kering untuk memisahkan benda-benda asing dan simplisia yang belum benar-benar kering. Simplisia yang diperoleh kemudian di *blender* sampai diperoleh serbuk kering lalu diayak dengan menggunakan ayakan mesh 40 untuk mendapatkan ukuran serbuk simplisia yang seragam dan halus agar memudahkan penarikan senyawa saat proses ekstraksi (Pujiastuti & Andreana, 2022).

#### **3.6.4 Pembuatan Ekstrak**

Serbuk kering simplisia daun Murbei sebanyak 500 g, dimaserasi menggunakan pelarut etanol 70% dengan perbandingan 1:5 (b/v) selama 1 x 24 jam, diaduk setiap 6 jam, kemudian disaring untuk memisahkan filtrat dengan residu, lalu dilakukan remaserasi sebanyak 2 kali, remaserasi pertama selama 1 x 24 jam dan remaserasi kedua 1 x 24 jam dengan pelarut yang sama. Etanol 70% digunakan sebagai pelarut karena mampu mengekstrak senyawa dalam rentang polaritas yang luas, dari polar hingga non-polar. Hal ini diharapkan dapat memaksimalkan ekstraksi senyawa-senyawa yang berpotensi sebagai antioksidan. Ekstrak cair yang diperoleh kemudian

dikumpulkan dan pelarutnya diuapkan menggunakan alat rotary evaporator hingga didapatkan ekstrak kental dari daun Murbei. Kemudian ekstrak kentalnya dipekatkan di atas *waterbath* dengan suhu 50°C sampai diperoleh bobot tetap dan dihitung nilai rendemennya (Syahrudin *et al.*, 2019).

$$\% \text{Rendemen} = \frac{\text{Bobot total ekstrak}}{\text{Bobot total simplisia yang diekstrak}} \times 100\%$$

### 3.6.5 Formula

**Tabel 1.** Formula Sediaan *Clay mask* Ekstrak Etanol 70% Daun Murbei

| Bahan               | Konsentrasi Formula (%) |      |      |      |      |      | Fungsi            |
|---------------------|-------------------------|------|------|------|------|------|-------------------|
|                     | F1                      | F2   | F3   | F4   | F5   | F6   |                   |
| Ekstrak Daun Murbei | 0,08                    | 0,08 | 0,08 | 0,08 | 0,08 | 0,08 | Zat aktif         |
| Kaolin              | 35                      | 37   | 39   | 41   | 43   | 45   | Basis             |
| Bentonit            | 5                       | 4    | 3    | 2    | 1    | 0,5  | Bahan pensuspensi |
| Xanthan Gum         | 0,5                     | 0,5  | 0,5  | 0,5  | 0,5  | 0,5  | Pengental         |
| Gliserin            | 10                      | 10   | 10   | 10   | 10   | 10   | Humektan          |
| Phenoxyetanol       | 1                       | 1    | 1    | 1    | 1    | 1    | Pengawet          |
| TEA                 | qs                      | qs   | qs   | qs   | qs   | qs   | Agen Pembasa      |
| <i>Rose Oil</i>     | qs                      | qs   | qs   | qs   | qs   | qs   | Pengaroma         |
| Aquades ad          | 100                     | 100  | 100  | 100  | 100  | 100  | Pelarut           |

### 3.6.6 Prosedur Pembuatan

Sediaan *clay mask* dibuat sebanyak 100 gram per formula. Masing-masing bahan ditimbang sesuai formula. Cara pembuatannya adalah bentonit dikembangkan terlebih dahulu dalam 25 ml air panas didalam mortar dan aduk, kemudian ditambahkan *xanthan gum* dan diaduk sampai homogen. Ekstrak daun Murbei didispersikan dalam

gliserin aduk sampai homogen dan dimasukkan ke dalam mortar aduk sampai homogen. Selanjutnya kaolin dimasukkan sedikit demi sedikit sambil terus diaduk hingga tercampur dan tambahkan sisa air aduk lagi sampai homogen. Kemudian tambahkan phenoxyetanol, TEA, dan *rose oil* sebagai pengaroma aduk sampai homogen. Setelah semua bahan tercampur, timbang dan tambahkan aquades ad 100 ml, kemudian aduk sampai homogen. Prosedur ini diulangi untuk formula lain dengan jumlah basis kaolin dan bentonit yang berbeda. Kemudian dilakukan evaluasi terhadap sediaan pada masing-masing formula (Widyawati *et al.*, 2021).

### **3.6.7 Evaluasi Sediaan**

#### **a. Uji Organoleptis**

Uji organoleptis dilakukan dengan cara mengamati karakteristik bau, warna, dan tekstur dari sediaan *clay mask* (Fauziah, 2017).

#### **b. Uji Homogenitas**

Uji homogenitas dilakukan dengan cara yaitu masker dioleskan diatas kaca objek dan ditutup dengan kaca objek lainnya, kemudian kaca tersebut diarahkan ke cahaya. Pada sediaan tidak boleh terlihat adanya partikel-partikel kasar (Fauziah, 2017).

#### **c. Uji pH**

Pengujian pH menggunakan alat pH meter. Pengujian dilakukan dengan cara mencelupkan elektroda kedalam sediaan,

kemudian tunggu hingga angka pada layar stabil. Pengujian dilakukan sebanyak 3 kali replikasi.

**d. Uji Daya Sebar**

Uji daya sebar dilakukan dengan cara yaitu sebanyak 1 g sediaan masker diletakkan diantara dua kaca berukuran 20x20 cm, kemudian kaca bagian atas diberi beban menggunakan anak timbangan 50 g, 100 g, dan 150 g. Masing-masing diberi rentang waktu 1 menit, selanjutnya diameter penyebaran diukur pada setiap penambahan beban. Daya sebar yang memenuhi standar *clay mask* yaitu 5-7 cm (Safilla *et al.*, 2022). Pengujian dilakukan sebanyak 3 kali replikasi.

**e. Uji Waktu Mengering**

Uji waktu mengering dilakukan dengan cara yaitu sebanyak 0,5 g sediaan *clay mask* dioleskan diatas permukaan kulit tangan dengan luas 4x4 cm menggunakan aplikator masker, lalu dilihat kecepatan waktu mengeringnya dengan menggunakan *stopwatch*. Waktu kering sediaan *clay mask* yang baik adalah 15-30 menit (Febriani *et al.*, 2021). Pengujian dilakukan sebanyak 3 kali replikasi.

**f. Uji Viskositas**

Uji viskositas dilakukan dengan menggunakan alat viskometer *Brookfield*. Sediaan *clay mask* sebanyak 30 g dimasukkan dalam pot salep dan ditempatkan pada viskometer

kemudian dipasang spindel dan dicelupkan dalam sediaan, kemudian spindel dinyalakan. Pengujian viskositas dilakukan menggunakan spindel nomor 4 dengan kecepatan 30 rpm. Nilai viskositas yang baik sekitar 2000-50.000 cPs (Safilla *et al.*, 2022). Pengujian dilakukan sebanyak 3 kali replikasi.

#### **g. Uji Stabilitas**

Uji stabilitas adalah uji yang digunakan untuk memastikan sediaan masker *clay* tidak mengalami perubahan sifat fisik selama periode penyimpanan. Uji stabilitas fisik dilakukan dengan metode *cycling test (freeze-thaw)* yaitu masing-masing formula disimpan pada suhu rendah  $4^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  selama 24 jam, lalu disimpan pada suhu ruang  $25^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  selama 24 jam (1 siklus). Pengujian dilakukan selama 6 siklus selama 12 hari, kemudian diamati perubahan fisik dari sediaan pada awal dan akhir meliputi organoleptis, homogenitas, pH, daya sebar, waktu sediaan mengering, dan viskositas (Pratiwi, 2020).

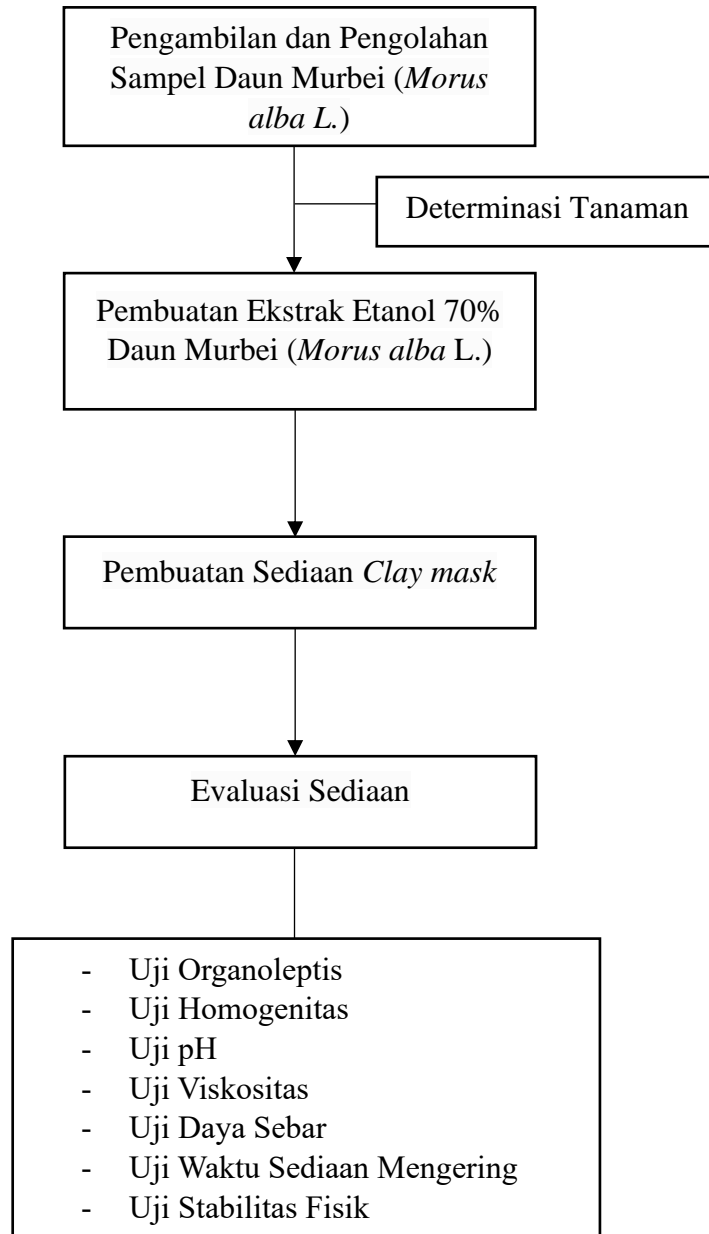
### **3.7 Analisis Data**

Analisis data pada penelitian yaitu hasil uji evaluasi sediaan *clay mask* yang meliputi uji organoleptis dan homogenitas dilakukan secara deskriptif. Kemudian untuk uji pH, uji viskositas, uji daya sebar, uji waktu sediaan mengering dan uji stabilitas fisik dianalisis menggunakan aplikasi IBM SPSS versi 24, dilakukan uji normalitas dan homogenitas menggunakan *Shapiro-Wilk*, jika datanya normal dan homogen, maka



dilanjutkan pada uji parametrik *One Way* ANOVA. Kemudian untuk uji stabilitas sebelum dan sesudah uji digunakan uji *Paired T-Test*. Jika nilai uji normalitas dan homogenitas tidak memenuhi persyaratan, maka dilakukan uji nonparametrik *Kruskal Wallis* dan *Wilcoxon*.

### 3.8 Alur Penelitian



**Gambar 6.** Alur Penelitian