

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Jenis Penelitian

Jenis penelitian ini menggunakan metode penelitian eksperimental laboratorium dengan *the post test control group design*. Tujuannya untuk membuat formulasi masker *clay mask* dari ekstrak etanol 96% daun Gelinggang (*Cassia alata* L.), serta dilakukannya evaluasi sifat fisik *clay mask* tersebut.

3.2 Waktu dan Tempat Penelitian

Waktu penelitian dilakukan mulai dari bulan Januari 2024 hingga bulan Juni 2024, serta tempat yang digunakan untuk penelitian ini yaitu di Laboratorium Farmakognosi dan Laboratorium Ilmu Resep Fakultas Ilmu Kesehatan Universitas Muhammadiyah Palangka Raya.

3.3 Variabel Penelitian Dan Definisi Operasional

3.3.1 Variabel Bebas

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah 4 (empat) formula sediaan *clay mask* dari ekstrak etanol 96% daun Gelinggang (*Cassia alata* L.) yang menggunakan konsentrasi 5%, 7%, 9% dan 11%.

3.3.2 Variabel Terikat

Variabel terikat dalam penelitian ini adalah hasil uji sifat fisik sediaan *clay mask* dari ekstrak etanol 96% daun Gelinggang (*Cassia alata* L.).

3.3.3 Definisi Operasional

1. *Clay mask* dikenal sebagai produk perawatan wajah yang ampuh untuk membersihkan pori-pori tersumbat. *Clay mask* dengan basis lumpur menggunakan kaolin dan bentonit ini berfungsi untuk mengangkat kotoran dan juga mendetoksifikasi kulit wajah. *Clay mask* banyak digunakan karena mampu meremajakan kulit. Efek setelah penggunaan *clay mask* adalah kulit yang tampak cerah dan bersih.
2. Uji sifat fisik sediaan merupakan pemeriksaan terhadap sediaan formulasi untuk mengetahui apakah telah memenuhi syarat ketentuan sebagai sediaan yang baik.

3.4 Alat Dan Bahan Penelitian

3.4.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah *blender* (Philips[®]), toples kaca, kain hitam, oven (Fisher[®]), timbangan, gelas ukur (Pyrex[®]), gelas beaker (Pyrex[®]), cawan porselin (Pyrex[®]), neraca analitik (Sartorius[®]), pot salep, plester, aluminium foil, *vacuum rotary evaporator* (IKA RP 10[®]), *waterbath* (Mettler[®]), desikator merek (Duran[®]), tabung reaksi (Pyrex[®]), pipet ukur (Pyrex[®]), batang pengaduk, sendok tanduk, mortar, stamper, *hot plate* (Thermo Scientific[®]), Lemari Pendingin (Panasonic[®]), sudip, ballpipet, kertas perkamen, kaca, gelas objek, karton hitam, beban 1 kilogram, beban 80 gram, kertas grafik, stopwatch, beban 50, 100, 150 gram, pH meter (Hanna[®]), dan buret (Pyrex[®]).

3.4.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah daun Gelinggang (*Cassia alata* L.), etanol 96%, kaolin, bentonit, gliserin, nipagin, *xanthan gum*, *oleum rosae*, dan aquadest.

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Determinasi Daun Gelinggang (*Cassia alata* L.)

Sampel daun Gelinggang (*Cassia alata* L.) di determinasi pada Laboratorium FMIPA Universitas Lambung Mangkurat Banjarbaru Kalimantan Selatan. Determinasi dilakukan agar mengetahui identitas tumbuhan (Khatimah *et al.*, 2023). Berdasarkan hasil determinasi yang dilakukan menyatakan bahwa tumbuhan dalam penelitian ini adalah jenis *species Cassia alata* L.

3.5.2 Pemilihan dan Pengambilan Simplisia

Tumbuhan gelinggang (*Cassia alata* L.) yang dipilih pada penelitian ini adalah bagian daun hijau yang segar, bersih dan tidak berjamur. Pengambilan sampel dilakukan pagi hari ini karena terjadi fotosintesis jam 08.00-09.30 WIB pada Februari 2024, cara pengambilan sampel dengan memetik daun dari pohonnya (Paerah *et al.*, 2021). Tumbuhan Gelinggang ini tumbuh liar di Kalimantan Tengah. Tumbuhan gelinggang ini banyak tumbuh di kawasan jalan Sapan, Kelurahan Palangka, Kecamatan Jekan Raya, Palangka Raya.

3.5.3 Pembuatan Simplisia Daun Gelinggang (*Cassia alata* L.)

Proses pembuatan simplisia dimulai dari pengumpulan daun gelinggang, dilakukan sortasi basah dan dilanjutkan dengan proses pencucian dengan air mengalir. Setelah itu dilakukan perubahan bentuk daun gelinggang dengan cara dipotong agar memudahkan proses pengeringan. Proses pengeringan dilakukan dengan cara pengovenan pada suhu 40°C, setelah dikeringkan bahan baku tersebut disortir kembali. Daun gelinggang yang telah diproses pengeringan, kemudian dihaluskan menggunakan blender dan diayak hingga menjadi serbuk ukuran mesh 40 (Depkes RI, 2000).

$$\% \text{ Rendemen Simplisia} = \frac{\text{Bobot Simplisia}}{\text{Bobot Daun Gelinggang}} \times 100\% \text{ (Aprillinia, 2022).}$$

3.5.4 Pembuatan Ekstrak Etanol 96% Daun Gelinggang (*Cassia alata* L.)

Simplisia daun gelinggang sebanyak 1 kg dimasukkan ke dalam maserator dilarutkan menggunakan etanol 96%. Tuang hingga sampel terendam dengan perbandingan antara serbuk simplisia dan pelarut yaitu 1:4 (Sidoretno *et al.*, 2023). Kemudian didiamkan selama 3x34 jam dalam bejana tertutup dan terlindung dari cahaya. Sesekali diaduk, apabila proses ekstraksi pertama selesai, ampasnya di maserasi kembali dengan pelarut yang baru sebanyak 2 (dua) kali. Setelah hasil ekstrak telah didapatkan, diuapkan dengan *rotary evaporator* hingga ekstrak kental siap digunakan (Fitriani *et al.*, 2023).

3.5.5 Rendemen Total Ekstrak Daun Gelinggang (*Cassia alata* L.)

Rendemen ekstrak daun Gelinggang (*Cassia alata* L.) dihitung dengan membandingkan berat awal serbuk dengan berat akhir ekstrak kental yang diperoleh (Sani *et al.*, 2014).

$$\% \text{ Rendemen Ekstrak} = \frac{\text{Bobot Ekstrak}}{\text{Bobot Simplisia}} \times 100\% \quad (\text{Aprillinia, 2022}).$$

3.5.6 Pembuatan *Clay Mask* Dari Ekstrak Etanol 96% Daun Gelinggang (*Cassia alata* L.)

Tabel 1. Formula standar yang digunakan (Depkes, 1978).

| Bahan | Formula | Fungsi |
|--------------------|---------|------------------------|
| Bentonit | 1-8% | Basis <i>Clay Mask</i> |
| <i>Xanthan Gum</i> | 0,1-1% | Pengental |
| Kaolin | 5-40% | Basis <i>Clay Mask</i> |
| Gliserin | 2-10% | Pelembab |
| Nipagin | <1 | Pengawet |
| Parfum | qs | Pengaroma |
| Air suling ad | 100% | Pelarut |

Keterangan :

qs = Secukupnya

Tabel 2. Formula *clay mask* dimodifikasi (Febriani *et al.*, 2021).

Formula dasar masker modifikasi tidak menggunakan Sodium Lauril Sulfate (SLS) dan Titanium dioxide (TiO₂).

| Bahan | F1 | F2 | F3 | F4 | Fungsi |
|-----------------------------|-------|-------|-------|-------|------------------------|
| Ekstrak Daun Gelinggang (*) | 5% | 7% | 9% | 11 % | Bahan Utama Zat Aktif |
| Kaolin | 34 g | 34 g | 34 g | 34 g | Basis <i>Clay Mask</i> |
| Bentonit | 1 g | 1 g | 1 g | 1 g | Basis <i>Clay Mask</i> |
| Gliserin | 8 ml | 8 ml | 8 ml | 8 ml | Pelembab |
| Nipagin | 0,1g | 0,1g | 0,1 g | 0,1g | Pengawet |
| <i>Xanthan Gum</i> | 0,8 g | 0,8 g | 0,8 g | 0,8 g | Pengental |
| <i>Oleum rosae</i> | 2 gtt | 2 gtt | 2 gtt | 2 gtt | Pengaroma |
| Aquades ad | | 100 | | | Pelarut |

Keterangan :

F1 = Formula ekstrak etanol 96% daun Gelinggang konsentrasi 5%

F2 = Formula ekstrak etanol 96% daun Gelinggang konsentrasi 7%

F3 = Formula ekstrak etanol 96% daun Gelinggang konsentrasi 9%

F4 = Formula ekstrak etanol 96% daun Gelinggang konsentrasi 11%

* = Variasi Konsentrasi

gtt = Tetes

Prosedur pembuatan *clay mask* dari ekstrak etanol 96% daun Gelinggang (*Cassia alata* L.) sebagai berikut :

- 1) Semua bahan ditimbang berdasarkan formula Tabel 2.
- 2) Melarutkan nipagin dan bentonite ke dalam air panas, setelah itu didiamkan selama 15 menit.
- 3) Memasukkan larutan tersebut ke dalam mortir dan menambahkan *xanthan gum*, gerus hingga homogen.
- 4) Menambahkan kaolin dan gerus kembali hingga homogen
- 5) Memasukkan gliserin, homogenkan kembali.
- 6) Menambahkan ekstrak etanol 96% daun Gelinggang (*Cassia alata* L.), gerus hingga homogen.
- 7) Menambahkan *oleum rosae*, homogenkan semua bahan hingga membentuk *clay mask*.
- 8) *Clay mask* dimasukkan ke dalam wadah (Ardhany *et al.*, 2022).

3.5.7 Evaluasi Sifat Fisik *Clay Mask*

Untuk evaluasi sifat fisik *clay mask* ekstrak etanol 96% daun Gelinggang (*Cassia alata* L.) adalah sebagai berikut:

a. Uji Organoleptis *Clay Mask*

Uji organoleptis dilakukan dengan cara mengamati karakteristik sediaan mulai dari bau, warna, dan konsistensi sediaan (Syamsidi *et al.*, 2021). Uji organoleptis pada sediaan bertujuan untuk mendapatkan sediaan yang mempunyai warna yang menarik, bau yang dapat diterima oleh pengguna, dan bentuk yang nyaman (Yanti, 2019).

b. Uji Homogenitas *Clay Mask*

Sediaan dioleskan secara merata pada kaca transparan, oleskan dengan hati-hati, kemudian kaca diarahkan ke cahaya (Syamsidi *et al.*, 2021). *Clay mask* dapat dikatakan homogen jika tidak terdapat butiran kasar pada kaca transparan (Syamsidi *et al.*, 2021).

c. Uji pH *Clay Mask*

Uji pH dilakukan dengan menggunakan alat pH meter. Pengukuran dilakukan dengan cara mencelupkan stik pH meter kedalam sediaan, hasil pH dari masker akan mencul pada layar monitor pH meter (Muflihunna, 2019). Sediaan *clay mask* dapat dikatakan baik dan memenuhi syarat jika sesuai dengan kisaran nilai pH kulit wajah yaitu 4,5-7,5 (Syamsidi *et al.*, 2021).

d. Uji Daya Lekat *Clay Mask*

Sebanyak 0,3 gram sediaan dioleskan di atas kaca obyektif, diletakkan dengan gelas objek lain pada sediaan, kemudian ditekan beban 1 kilogram selama 1 menit. Dipakaikan gelas objek tersebut pada alat uji lalu dipakaikan beban seberat 80 gram dan catat waktu hingga kedua gelas obyektif terpisah (Engelina, 2013). Uji daya lekat ini dilakukan untuk mengetahui kemampuan sediaan melekat pada tempat aplikasinya yaitu di permukaan kulit (Yacobus *et al.*, 2019). Menurut Rachmalia *et al.*, (2016), persyaratan daya lekat yang baik untuk sediaan topikal adalah lebih dari 4 detik.

e. Uji Daya Sebar *Clay Mask*

Sebanyak 0,5 gram sediaan ditimbang dan diletakkan pada bagian atas kaca yang sudah dilapisi kertas grafik, kemudian letakkan sebuah kaca, dan biarkan selama 1 menit, hitung luas daerah yang diberikan sediaan. Lalu beri beban pada masing-masing sediaan berturut-turut 50, 100, 150 gram dan biarkan selama 1 menit selanjutnya hitung luas daerah yang diberikan sediaan (Azkiya *et al.*, 2017). Uji daya sebar pada sediaan memiliki tujuan untuk melihat kemampuan sediaan menyebar pada kulit saat digunakan, suatu basis sediaan sebaiknya memiliki daya sebar yang baik untuk membuktikan pemberian bahan obat yang memuaskan (Pratimasari *et al.*, 2015). Kisaran spesifikasi daya sebar *clay mask* yang baik adalah >2 cm dan <5 cm (Syamsyidi *et al.*, 2021).

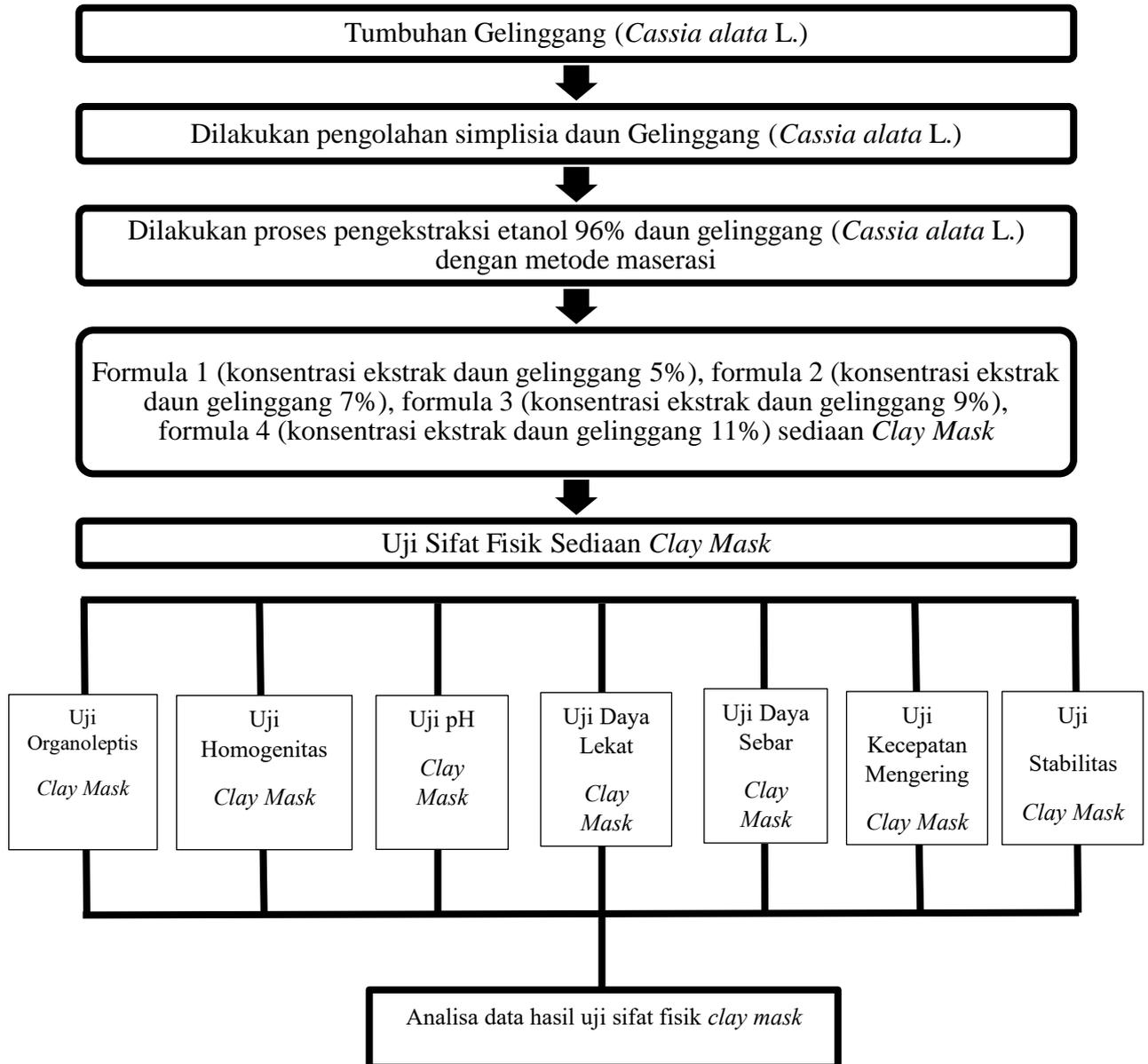
f. Uji Kecepatan Mengering *Clay Mask*

Cara uji waktu kering yaitu timbang sebanyak 0,5 g sediaan masker *clay* kemudian dioleskan diatas permukaan kulit, lalu dihitung kecepatan sediaan mengering dan membentuk lapisan film dari sediaan dengan menggunakan *stopwatch*. Persyaratan waktu kering masker yang baik yaitu 15-20 menit (Kumalasari *et al.*, 2023).

g. Uji Stabilitas *Clay Mask*

Uji Stabilitas Sediaan *clay mask* menggunakan metode *Cycling Test* yaitu dengan cara sediaan *clay mask* disimpan pada suhu 4 °C selama 24 jam, lalu dipindahkan ke dalam kamar yang bersuhu $25\pm 2^{\circ}\text{C}$ selama 24 jam (satu siklus).

3.6 Alur Penelitian



Gambar 4. Alur Penelitian

3.7 Pengolahan Dan Analisis Data

3.7.1 Pengamatan Utama

Pengamatan pada penelitian ini dilakukan dengan cara pengujian sifat fisik sediaan *clay mask* ekstrak etanol 96% daun Gelinggang (*Cassia alata* L.) pada formula 1 (konsentrasi ekstrak daun Gelinggang 5%), formula 2 (konsentrasi ekstrak daun Gelinggang 7%), formula 3 (konsentrasi ekstrak daun Gelinggang 9%), dan formula 4 (konsentrasi ekstrak daun Gelinggang 11%) untuk melihat karakteristik dari masing-masing formula *clay mask*.

3.7.2 Analisis Data Hasil Uji Sifat Fisik Sediaan *Clay Mask*

Analisis data pada pemeriksaan organoleptis dan homogenitas dilakukan secara visual yaitu mengamati sediaan secara langsung meliputi warna, bau dan bentuk *clay mask*, serta homogenya *clay mask*. Analisis data pemeriksaan pH, daya sebar, daya lekat, kecepatan mengering dan stabilitas fisik dilakukan secara deskriptif menggunakan SPSS (*one way-Anova*). Dalam melakukan uji ANOVA, syarat yang harus dipenuhi yaitu normalitas dan homogenitas, sehingga harus dilakukan uji ANOVA. Jika data tidak terdistribusi normal dan homogen maka dilakukan uji non-prametrik yaitu uji Kruskal-wallis (Surpiadi dan Hardiansyah, 2020). Pada stabilitas fisik (*cycling test*) dilakukan sebelum dan sesudah uji Paired test. Apabila hasil tidak signifikan $<0,05$ maka dilanjutkan dengan uji Wilcoxon (Irianto *et al.*, 2020).