

BAB III METODE PENELITIAN

A. Jenis Penelitian

Jenis penelitian yang dilakukan adalah penelitian deskriptif.

B. Objek Penelitian

Sediaan *masker clay* ekstrak daun Pepaya konsentrasi 5% dan 10%

C. Tempat dan Waktu Penelitian

1. Tempat penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia, Teknologi Sediaan Farmasi dan Farmasi Bahan Alam di Program studi D-III Farmasi, Poltekkes Kemenkes Kupang.

2. Waktu penelitian

Penelitian akan dilakukan pada bulan April sampai Mei 2025.

D. Variabel Penelitian

1. Variabel bebas

Variabel bebas dari penelitian ini adalah Sediaan *masker clay* ekstrak daun Pepaya konsentrasi 5% dan 10%

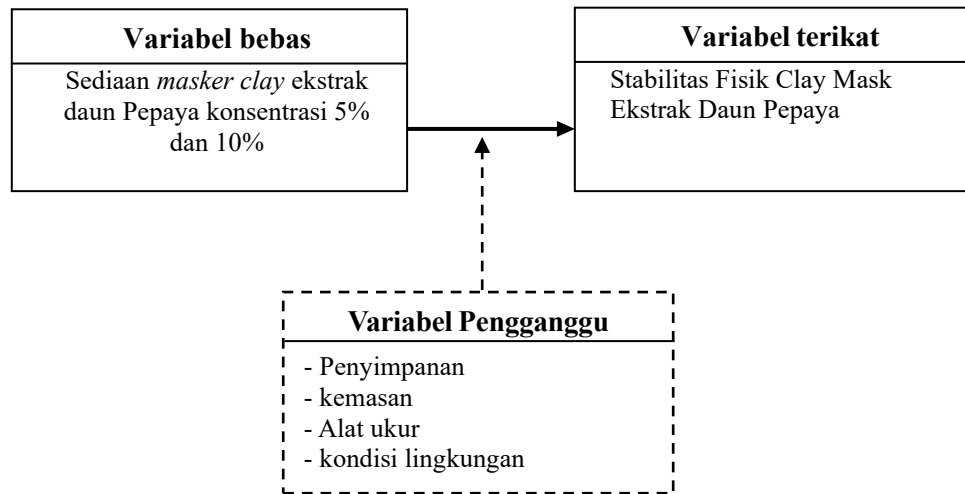
2. Variabel terikat

Variabel terikat dari penelitian ini adalah stabilitas fisik sediaan clay mask ekstrak daun Pepaya berdasarkan hasil pengujian dari uji organoleptis, homogenitas, pH, daya sebar dan waktu mengering

3. Variabel pengganggu

penyimpanan, alat ukur, kemasan masker, dan kondisi lingkungan.

E. Kerangka Konsep



Gambar 2. Hubungan antar variabel

Keterangan

_____ : Yang diteliti
 - - - - - : Tidak diteliti

F. Definisi Operasional

Tabel 1. definisi operasional

No	Variabel	Definisi operasional	Alat Ukur	Skala
1	Ekstrak daun Pepaya	Ekstrak daun Pepaya yang diperoleh diambil di daerah labat kelurahan bakunase 2, kecamatan Kota raja, kota kupang. melalui proses ekstraksi yaitu dengan teknik maserasi menggunakan pelarut etanol 70% untuk mendapatkan senyawa aktif yang digunakan dalam clay mask.	-	Nominal / Kualitatif
2	Metode cycling test Ekstrak daun Pepaya	Perlakuan sediaan dengan suhu bergantian (dingin $\pm 4^{\circ}\text{C}$ dan panas $\pm 40^{\circ}\text{C}$) selama 6 siklus untuk mengevaluasi stabilitas fisik sediaan <i>masker clay</i> .	Inkubator lemari pendingin oven	/ Nominal / Kualitatif
3	Stabilitas fisik sediaan clay mask ekstrak daun Pepaya	Stabilitas fisik adalah kemampuan sediaan clay mask ekstrak daun Pepaya dalam mempertahankan karakteristik fisik meliputi warna, bau, bentuk, homogenitas, pH, daya sebar, dan waktu kering setelah perlakuan perubahan suhu pada metode <i>cycling test</i>	pH meter, objek glass, spatula, dan pengamatan organoleptik	Nominal
4	Uji organoleptis	Pengamatan sifat fisik sediaan clay mask seperti warna, bau, tekstur, menggunakan indera manusia.	Pengamatan menggunakan indra manusia, Mata / hidung / tangan	Ordinal / Kualitatif
5	Uji homogenitas	Pengamatan untuk memastikan sediaan clay mask merata dan tidak menggumpal, partikel bahan tersebar secara uniform.	Visual mikroskop spatula	/ Nominal / Kualitatif
7	Uji pH	Pengukuran tingkat keasaman atau alkalinitas sediaan clay mask untuk menilai stabilitas kimia dan kesesuaian dengan kulit.	pH meter / kertas pH	/ Interval / Kuantitatif
8	Uji daya sebar	Pengukuran luas area yang dapat ditutupi sediaan pada permukaan tertentu, menunjukkan kemudahan pemakaian.	Gelas ukur / spatula / papan kaca	/ Ratio / Kuantitatif
9	Uji waktu kering (drying time)	Waktu yang dibutuhkan sediaan clay mask untuk kering atau mengeras setelah diaplikasikan pada permukaan.	Stopwatch , permukaan kaca/permukaan kulit	/ Ratio / Kuantitatif

G. Alat dan Bahan

a. Alat

Alat yang digunakan untuk penelitian ini adalah blender atau tumbukan, kain hitam, nampan, baskom, neraca analitik, hot plate, sendok tanduk, mortar, stamper, pH meter, alat ukur daya sebar, gelas ukur, dan gelas kimia, alat maserasi, rotary evaporator, waterbath.

b. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah ekstrak daun Pepaya, bentonite, kaolin, xanthan gum, gliserin, nipagin, larutan pereaksi mayer, kloroform, HCl 2 N, pereaksi Wagner, H₂SO₄ pekat, FeCl₃, Mg, dan pereaksi Liberman Baucard, etanol 70%, larutan asam asetat, larutan asam sulfat dan aquades.

H. Prosedur Penelitian

1. Pembuatan Simplisia

a. Simplisia daun Pepaya

Proses pembuatan simplisia diawali dengan mengumpulkan daun tanaman Pepaya (*Carica Papaya* L.) yang diambil dari daerah Labat, kelurahan bakunase 2, kecamatan Kota raja, kota kupang. Daun yang digunakan yaitu daun yang sudah agak lebih tua dan warnanya hijau segar. Waktu pengambilannya pada pagi hari karena mencegah terjadinya penguapan zat aktif yang diakibatkan sinar matahari yang panas. Setelah daun Pepaya dipetik, kemudian lakukan sortasi basah dibawah air mengalir dan dirajang menjadi ukuran kecil. Hasil rajangan

kemudian dijemur dibawah sinar matahari dengan ditutupi menggunakan kain hitam selama 6-8 jam. Selanjutnya dilakukan sortasi kering untuk memisahkan bagian simplisia rusak yang tidak terpakai. Selanjutnya simplisia dihaluskan dan serbuk simplisia diayak menggunakan ayakan dengan nomor mesh 40-60.

b. Ekstraksi daun Pepaya

Pembuatan ekstrak dilakukan dengan menggunakan metode maserasi. Dengan cara menimbang sebanyak 500 gram serbuk simplisia daun Pepaya, kemudian direndam dalam 3.750 ml etanol 70%, lalu didiamkan pada suhu kamar selama 3x24 jam. 30 menit perendaman di hari pertama dilakukan pengadukan dan seterusnya setiap 6 jam. Setelah 3 hari, dilakukan remaserasi dengan menggunakan 1.250 ml etanol 70% selama dua hari. Lalu lakukan pemisahan fitrat dengan ampas sebanyak dua kali penyaringan, yakni menggunakan kain penyaring dan dilanjutkan dengan menggunakan kertas saring. Fitrat yang sudah diperoleh lalu digabungkan dengan hasil maserasi sebelumnya, setelah itu dilakukan penguapan menggunakan Vacuum Rotary Evaporator dengan suhu 60°C dengan tujuan menguapkan pelarut dari proses maserasi. Kemudian dikentalkan dengan water bath pada suhu 40°-50°C sampai didapatkan ekstrak yang kental, lalu ditimbang dan dilakukan perhitungan rendeman (Satriawan et al, 2023)

$$\text{Rendeman (b/b)} = \frac{\text{berat ekstrak kental (g)}}{\text{berat sampel awal (g)}} \times 100\%$$

c. Skrining Fitokimia

1) Uji alkaloid

Pengujian alkaloid dilakukan dengan menguapkan 2 mL ekstrak daun pepaya dalam cawan porselen hingga diperoleh residu. Residu tersebut kemudian dilarutkan menggunakan 5 mL larutan HCl 2 N dan dibagi ke dalam dua tabung reaksi. Pada tabung pertama ditambahkan 3 tetes HCl 2 N dan pereaksi Mayer, sedangkan tabung kedua ditambahkan 3 tetes HCl 2 N serta pereaksi Wagner. Hasil positif adanya alkaloid ditunjukkan dengan terbentuknya endapan berwarna putih pada penambahan pereaksi Mayer dan endapan berwarna kuning keemasan pada penambahan pereaksi Wagner (Waruwu *et al*, 2021).

2) Uji flavonoid

Uji flavonoid dilakukan dengan memasukkan 1 mL ekstrak daun pepaya (*Carica papaya* L.) ke dalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan 0,2 g serbuk magnesium dan 5 mL larutan HCl. Adanya flavonoid ditunjukkan dengan terbentuknya perubahan warna menjadi jingga, merah, atau kuning sebagai hasil positif, yang mengindikasikan keberadaan senyawa flavonoid dalam ekstrak daun pepaya (Waruwu *et al*, 2021).

3) Uji saponin

Pengujian saponin dilakukan dengan memasukkan 5 mL ekstrak daun pepaya (*Carica papaya* L.) ke dalam tabung reaksi, kemudian

menambahkan akuades dan memanaskannya hingga mendidih selama 2–3 menit. Setelah larutan didinginkan, sampel dikocok secara kuat hingga menghasilkan busa. Selanjutnya, ditambahkan 2 tetes HCl dan dilakukan pengamatan terhadap kestabilan busa. Hasil positif adanya senyawa saponin ditunjukkan dengan terbentuknya busa yang tetap bertahan atau stabil setelah penambahan HCl (Waruwu *et al*, 2021).

4) Uji tannin

Uji tanin dilakukan dengan mengambil 2 mL ekstrak daun pepaya (*Carica papaya* L.) dan memasukkannya ke dalam tabung reaksi. Sampel kemudian ditambahkan air panas dan disaring hingga diperoleh filtrat. Selanjutnya, sebanyak 5 mL larutan FeCl₃ ditambahkan ke dalam filtrat. Hasil positif keberadaan tanin ditandai dengan terbentuknya perubahan warna menjadi hijau tua atau biru tua (Waruwu *et al*, 2021).

d. Formulasi *clay mask* ekstrak daun Pepaya (*Carica Papaya* L.)

Tabel 2. Formulasi *clay mask* ekstrak daun Pepaya

Bahan	Formula	
	F1 (%)	F2 (%)
Ekstrak daun Pepaya	5	10
Bentonite	0,5	0,5
Kaolin	30	30
Xanthan gum	0,5	0,5
Gliserin	8	8
Nipagin	0,1	0,1
Aquades	Ad 100 ml	Ad 100 ml

Sumber : (Alvanny & Andalia, 2022)

Bahan aktif yang digunakan dalam formulasi clay mask ini adalah ekstrak daun Pepaya. Bahan aktif yang digunakan dalam formulasi *clay mask* ini adalah ekstrak daun Pepaya. Tahap pembuatan diawali dengan persiapan alat dan bahan, kemudian seluruh bahan ditimbang sesuai dengan formula yang telah ditentukan. Bentonit selanjutnya didispersikan dengan perbandingan 1:12, yaitu dengan mencampurkan bentonit ke dalam 6 mL aquades di dalam mortir, kemudian dipanaskan menggunakan penangas air selama 15 menit hingga mengalami pengembangan yang sempurna. Setelah proses tersebut, xanthan gum ditambahkan secara perlahan sambil digerus dengan cepat hingga terbentuk campuran yang homogen. Kaolin dan gliserin kemudian dimasukkan secara bertahap dan digerus kembali sampai diperoleh massa yang homogen. Nipagin terlebih dahulu dilarutkan dalam 5 mL air panas hingga larut sempurna, kemudian dimasukkan ke dalam mortir bersama ekstrak daun Pepaya dan digerus hingga tercampur merata. Pada tahap akhir, sisa aquades ditambahkan ke dalam campuran dan dilakukan penggerusan hingga dihasilkan sediaan yang homogen.

e. Evaluasi Sediaan setelah perlakuan metode *cycling test*

1. Pengamatan Organoleptis

Uji organoleptis dilakukan dengan menggunakan indra penglihatan dan penciuman untuk mengevaluasi karakteristik fisik dari sediaan, seperti bentuk, warna, dan aroma dari setiap formula.

2. Pengujian homogenitas

Pengujian homogenitas dilakukan dengan mencelupkan 0,1 gram sediaan masker ke permukaan kaca objek, lalu diamati secara visual. Sediaan dianggap merata jika tidak ada partikel besar atau gumpalan yang terlihat di permukaan kaca.

3. Pengujian pH (Alvanny *et al*, 2022).

Pengujian pH dilakukan untuk mengetahui kesesuaian pH sediaan *clay mask* ekstrak daun pepaya dengan kondisi pH kulit wajah. Sebelum digunakan, pH meter harus dikalibrasi dengan menggunakan larutan dapar standar yang memiliki nilai pH 7,00 dan pH 4,00 sampai alat menampilkan angka yang benar. Setelah proses kalibrasi selesai, elektroda dibilas menggunakan air suling dan dikeringkan dengan tisu. Selanjutnya, sebanyak 0,5 g sediaan masker dilarutkan dalam 50 mL air suling hingga terbentuk campuran yang homogen. Pengukuran pH dilakukan dengan memasukkan elektroda alat pengukur pH ke dalam campuran sampai didapatkan angka pHnya. Berdasarkan SNI 16-4399-1999, rentang pH yang dianggap aman dan cocok untuk produk topikal yang digunakan di wajah adalah 4,5 sampai 8,0 (Alvanny *et al*, 2022).

4. Uji daya sebar

Uji penyebaran dilakukan dengan menimbang 1 g produk clay mask lalu meletakkannya di tengah permukaan kaca. Selanjutnya,

sediaan diberi beban seberat 100 g dan dibiarkan selama satu menit. Diameter penyebaran kemudian diamati dan diukur sampai didapatkan hasil yang stabil atau tidak menunjukkan perubahan yang signifikan. Sediaan masker clay memiliki kemampuan menyebar dengan baik jika luas penyebarannya berada dalam rentang 5-7 cm (Alvanny *et al*, 2022).

5. Uji lama waktu kering

Uji waktu kering dilakukan untuk mengetahui berapa lama waktu yang dibutuhkan oleh clay mask hingga kering setelah digunakan. Satu gram masker dioleskan merata di permukaan tangan belakang, lalu diamati hingga lapisan filmnya kering. Waktu pengeringan dihitung dengan stopwatch, dimulai saat sediaan digunakan sampai masker benar-benar kering. Sediaan masker clay disebut memenuhi syarat untuk waktu pengeringan jika membutuhkan waktu sekitar 15 hingga 30 menit (Alvanny *et al*, 2022).

I. Analisis Data

Analisis data dilakukan secara deskriptif dengan menyajikan dan menguraikan hasil evaluasi sediaan dalam bentuk tabel. Hasil pengujian kemudian dibandingkan dengan kriteria atau persyaratan yang telah ditetapkan untuk menentukan apakah sediaan memenuhi standar yang ditentukan, dengan syarat sebagai berikut:

1. Kriteria uji organoleptis dianggap memenuhi syarat jika masker tidak mengalami perubahan pada sifat tekstur, aroma, dan warna selama proses pengujian.
2. Uji homogenitas dianggap memenuhi syarat jika sampel tidak menunjukkan adanya gumpalan atau butiran kasar yang tidak merata ketika dilihat pada kaca objek.
3. Uji pH dianggap memenuhi standar jika masker memiliki nilai pH antara 4,5 sampai 6,5, sehingga cocok dengan kondisi kulit wajah.
4. Uji daya sebar dianggap memenuhi syarat jika produk memiliki diameter penyebaran antara 5 hingga 7 cm.
5. Uji waktu kering dianggap memenuhi syarat jika masker tanah bisa kering dalam rentang waktu 10 hingga 25 menit setelah digunakan.