

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Jenis dan Rancangan Penelitian**

Jenis penelitian yang akan digunakan adalah penelitian eksperimental menerapkan Rancangan Acak Lengkap (RAL) berpola faktorial 3 x 2, faktor pertama tiga variasi konsentrasi kaolin yaitu 17%, 34% dan 51% dan dua variasi ekstrak daun kelor yaitu 0,75% dan 1,25%. Tiap unit akan diuji organoleptis, uji daya ikat air, daya lekat, daya sebar, waktu kering, pH, viskositas, homogenitas, elastisitas dan stabilitas.

#### **3.2 Sampel**

Sampel yang akan digunakan pada penelitian ini adalah ekstrak daun kelor yang diperoleh dari Balitro Bogor yang berada di Jl. Tentara Pelajar No. 3, Kampus Penelitian Cimanggu Bogor.

#### **3.3 Bahan dan Alat yang Digunakan**

##### **3.3.1 Bahan**

Bahan penelitian yang akan digunakan antara lain ekstrak daun kelor bentonit, kaolin, xantan gum, gliserin, sodium lauril sulfat, titanium dioxide, metil paraben dan aquadestila.

##### **3.3.2 Alat**

Peralatan penelitian yang akan digunakan antara lain gelas ukur, gelas beker, Erlenmeyer, batang pengaduk, cawan porselen, timbangan analitik (Ohaus, USA), sudip, pipet tetes, mortir, stemper, pH, Viskometer, digital rotary, kertas saring, dan tabung reaksi.

#### **3.4 Variabel Penelitian**

##### **3.4.1 Variabel Bebas**

Variabel bebas pada penelitian ini enam variasi kelompok berdasarkan variasi konsentrasi kaolin dan konsentrasi ekstrak daun kelor.

### 3.4.2 Variabel terikat

Variabel terikat pada penelitian ini antaralain uji organoleptik, daya lekat, daya sebar, uji daya ikat air, uji elastisitas, uji waktu kering, pH, viskositas, homogenitas, uji elastisitas dan stabilitas.

### 3.5 Definisi Operasional Variabel

Tabel definisi operasional variable dalam penelitian ini ditunjukan pada tabel 3.1 sebagai berikut:

**Tabel 3. 1 Definisi Operasional Variabel**

No	Variabel	Definisi	Alat Ukur	Skala	Hasil Ukur
<b>Variablel Bebas</b>					
1	Formula masker <i>Clay</i>	<p>Mendapatkan variasi kelompok dengan menggunakan peningkatan logaritmik, dengan variasi sebagai berikut:</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. kaolin 17% dan ekstrak daun kelor 0,75%</li> <li>2. kaolin 17% dan ekstrak daun kelor 1,25%</li> <li>3. Kaolin 34% dan ekstrak daun kelor 0,75%</li> <li>4. Kaolin 34% dan ekstrak daun kelor 1,25%</li> <li>5. Kaolin 51% dan ekstrak daun kelor</li> </ol>	-	Nominal	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <math>K_{17\%}E_{0,75\%}</math></li> <li>• <math>K_{17\%}E_{1,25\%}</math></li> <li>• <math>K_{34\%}E_{0,75\%}</math></li> <li>• <math>K_{34\%}E_{1,25\%}</math></li> <li>• <math>K_{51\%}E_{0,75\%}</math></li> <li>• <math>K_{51\%}E_{1,25\%}</math></li> </ul>

No	Variabel	Definisi	Alat Ukur	Skala	Hasil Ukur
		0,75%			
<b>Variabel Terikat</b>					
1.	Uji Organoleptis Bau	Mengevaluasi sediaan <i>Clay mask</i> ekstrak daun kelor ( <i>Moringa oleifera L</i> ) dengan indera penciuman	Panca Indera	Nominal	1. Tidak berbau 2. Bau Khas
2	Uji Organoleptis Warna	Mengevaluasi sediaan <i>Clay mask</i> ekstrak daun kelor ( <i>Moringa oleifera L</i> ) dengan indera penglihatan	Panca Indera	Nominal	1. Pekat 2. Tidak pekat 3. Warna khas
3	Uji Organoleptis Bentuk	Mengevaluasi sediaan <i>Clay mask</i> ekstrak daun kelor ( <i>Moringa oleifera L</i> ) dengan indera peraba	Panca indera	Nominal	1. Padat 2. Setengah pada 3. Cair
4	Uji daya ikat air	Uji daya ikat air sediaan masker <i>Clay</i>	Alat uji daya ikat air	Rasio	%
5	Uji Daya lekat	Kemampuan melekat pada kulit saat digunakan	Alat uji daya lekat	Nominal	Detik
6	Uji Daya sebar	Kemampuan menyebar masker	Alat uji daya	Rasio	Centimeter

No	Variabel	Definisi	Alat Ukur	Skala	Hasil Ukur
		Clay pada wajah	sebar		
7	Uji waktu kering	Sebanyak 1g sediaan masker Clay dioleskan diatas kulit tangan dan dihitung menggunakan stopwatch	Stopwatch	Rasio	Menit
8	Uji pH	Mengetahui pH kulit yang sesuai pada sediaan masker Clay	pH meter	Rasio	Angka dalam pH meter
9	Uji Viskositas	Mengetahui kekentalan pada sediaan masker Clay	Viscometer	Rasio	cP
10	Uji Homogenitas	Uji yang dilakukan untuk melihat ada tidaknya partikel kasar dan memisah pada sediaan	Kaca Objek	Nominal	1. Homogen 2. Tidak homogen
11	Uji Elastisitas	Dilakukan dengan mengoleskan masker Clay di atas kaca objek, dibiarkan mengering	Kaca Objek	Nominal	1. Elastis 2. Tidak elastis
12	Uji Stabilitas Warna	Uji yang dilakukan untuk menilai sediaan masker Clay dapat mempertahankan kualitas dan karakteristiknya dengan menggunakan indera penglihatan	Panca indera	Nominal	1. Pekat 2. Tidak pekat 3. Warna khas

No	Variabel	Definisi	Alat Ukur	Skala	Hasil Ukur
13	Uji Stabilitas Bau	Uji yang dilakukan untuk menilai sediaan masker <i>Clay</i> dapat mempertahankan kualitas dan karakteristiknya dengan menggunakan indera penciuman	Panca indera	Nominal	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Tidak berbau</li> <li>2. Bau khas</li> </ol>
14	Uji Stabilitas Bentuk	Uji yang dilakukan untuk menilai sediaan masker <i>Clay</i> dapat mempertahankan kualitas dan karakteristiknya dengan menggunakan indera peraba	Panca indera	Nominal	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Padat</li> <li>2. Setengah padat</li> <li>3. Cair</li> </ol>
15	Uji Iritasi	Uji yang dilakukan untuk menilai sediaan masker mengiritasi pada kulit	Panca Indera	Nominal	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Terjadi reaksi</li> <li>2. Tidak terjadi reaksi</li> </ol>

### 3.5.1 Formula dan Variasi Kelompok Sediaan Masker *Clay*

Formulasi pembuatan masker *Clay* yang mengacu pada penelitian (Diyananti *et al*, 2023) ditunjukan pada tabel 3.2 sebagai berikut:

**Tabel 3. 2** Formula dan variasi kelompok sediaan masker *Clay*

Bahan	Formula dan Variasi Kelompok sediaan masker <i>Clay</i> (%)						Fungsi
	K <sub>17%</sub> E <sub>0,75%</sub> 1	K <sub>17%</sub> E <sub>1,25%</sub> 2	K <sub>34%</sub> E <sub>0,75%</sub> 3	K <sub>34%</sub> E <sub>1,25%</sub> 4	K <sub>51%</sub> E <sub>0,75%</sub> 5	K <sub>51%</sub> E <sub>1,25%</sub> 6	
Ekstrak Daun Kelor	0,75	1,25	0,75	1,25	0,75	1,25	Zat aktif
Bentonit	1	1	1	1	1	1	Adsorben
Kaolin	17	17	34	34	51	51	Adsorben
Xantan gum	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	Pengental
Gliserin	3	3	3	3	3	3	Humeikan
Sodium Lauril Sulfat	2	2	2	2	2	2	Surfaktan
Titanium dioxide	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	Memutihkan warna produk
Metil Paraben	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	Pengawet
Aquadest add	100mL	100mL	100ML	100mL	100mL	100mL	Pelarut
Keterangan :							
K <sub>17%</sub> E <sub>0,75%</sub> : Kaolin 17% dan Ekstrak Kelor 0,75%							
K <sub>17%</sub> E <sub>1,25%</sub> : Kaolin 17% dan Ekstrak Kelor 1,25%							
K <sub>34%</sub> E <sub>0,75%</sub> : Kaolin 34% dan Ekstrak Kelor 0,75%							
K <sub>34%</sub> E <sub>1,25%</sub> : Kaolin 34% dan Ekstrak Kelor 1,25%							
K <sub>51%</sub> E <sub>0,75%</sub> : Kaolin 51% dan Ekstrak Kelor 0,75%							
K <sub>51%</sub> E <sub>1,25%</sub> : Kaolin 51% dan Ekstrak Kelor 1,25%							

### 3.5.2 Determinasi

Determinasi merupakan tahapan awal yang dilakukan sebelum melakukan penelitian lebih lanjut dimana proses yang dilakukan adalah untuk menentukan nama atau jenis tumbuhan secara spesifik. Tujuan dilakukannya determinasi yaitu untuk mengetahui kebenaran identitas tanaman tersebut (Sani *et al*, 2021). Identifikasi dilakukan di Departemen Biologi FMIPA Universitas Padjajaran Jl. Raya Bandung Sumedang KM 21, Hegarmanah, Jatinangor Kabupaten Sumedang Jawa Barat.

### 3.5.3 Proses Ekstrasi Maserasi

Metode maserasi dilakukan dengan cara sampel direndam dengan menggunakan peralut etanol 96% sebanyak 3 kali selama 24 jam dengan menggunakan temperatur kamar, terhindar dari matahari dan sesekali di aduk. Kemudian disaring dan diambil filtratnya lalu filtrat tersebut dipekatkan

hingga mendapatkan ekstrak yang kental untuk dilakukan skrining fitokimia (Damanis *et al*, 2020).

### 3.5.4 Skrining Fitokimia

Skrining fitokimia yang akan diuji pada ekstrak daun kelor adalah sebagai berikut:

1. Uji Alkaloid dilakukan dengan cara timbang ekstrak daun kelor sebanyak 0,5g masukan kedalam lumpang lalu tambahkan 0,5 mg HCl 1% dan tambahkan 1-2 tetes pereaksi dragendrof. Hasil menunjukan positif jika ekstrak berubah warna menjadi jingga (Jati *et al*, 2019).
2. Uji flavonoid dilakukan dengan cara timbang ekstrak sebanyak 2 g kemudian tambahkan 5 mL etanol panas, setelah tercampur saring sampai mendapatkan filtrat, kemudian filtrat ditambahkan beberapa tetes HCl pekat dan serbuk Mg (Jati *et al*, 2019). Hasil positif ditunjukan dengan terbentuknya warna merah- jingga (Qomaliyah *et al*, 2023).
3. Uji saponin dilakukan dengan cara timbang ekstrak sebanyak 1 g kemudian larutkan dengan etanol 70% tambahkan 10 mL aquadest panas didinginkan kemudian kocok selama 10 detik (Qomaliyah *et al*, 2023). Terbentuknya busa dan yang stabil (tidak hilang selama 5 menit) menunjukan bahwa adanya saponin (Jati *et al*, 2019).
4. Uji tannin dilakukan dengan cara timbak sebanyak 2 mg esktrak kemudian tambahkan 2 tetes larutan FeCl3 5%. Hasil positif ditandai dengan adanya warna hijau kehitaman (Qomaliyah *et al*, 2023).
5. Uji steroid dan terpenoid dilakukan dengan cara timbang ekstrak sebanyak 0,5 g larutkan dengan kloroform 0,5 mL dan asam asetat anhidrat 0,5 mL, lalu tambahkan 1 -3 tetes H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat melalui dinding tabung. Apabila terjadi perubahan warna menjadi ungu maka ekstrak positif menganduk senyawa triterpenoid dan apabila mengandung warna hijau atau biru maka positif mengandung steroid (Jati *et al*, 2019).

### 3.5.5 Uji Antioksidan

Uji antioksidan yang dilakukan menggunakan metode DPPH mengacu pada penelitian Damanis *et al*, 2020 langkah langkah yang akan dilakukan adalah sebagai berikut:

#### 1. Pembuatan Larutan Stok

Timbang 50 mg ekstrak dilarutkan didalam etanol p.a ad 50 mL sehingga didapatkan konsentrasi 500 ppm. Dengan masing-masing konsentrasi 25, 50, 75, 100, 125  $\mu$ g/mL. masing- masing konsentrasi didapatkan dari V1 dipipet dan ditambahkan dengan etanol p.a hingga mencapai tanda batas (5 mL) kemudian dipindahkan kedalam tabung reaksi dan ditutup menggunakan aluminium foil. Konsentrasi tersebut dihitung dengan menggunakan rumus pengen ceran sebagai berikut:

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

#### 2. Pembuatan dan pengujian kontrol larutan DPPH

Timbang 2 mg serbuk DPPH larutkan dalam etanol p.a sebanyak 50 mL, kemudian larutan stok DPPH dilakukan pengujian kontrol dengan diukur serapannya menggunakan spektrofotometer UV-Vis menggunakan gelombang maksimum 571 nm.

#### 3. Pengujian aktivitas antioksidan ekstrak dengan metode DPPH

Ekstrak daun kelor dengan konsentrasi 25, 50, 75, 100, dan 125  $\mu$ g/mL masing-masing ditambahkan 2 mL larutan DPPH dalam etanol . Terdapatnya perubahan warna dari ungu menjadi kuning menunjukan efisiensi penagkal radikal bebas. Lalu ukur absorbansi pada spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 517 nm, setelah diinkubasi selama 30 menit kemudian diamati perbandingannya dengan vitamin C p.a sebagai standar.

#### 4. Pembuatan dan pengujian larutan pembanding Vitamin C (p.a)

Timbang 5 g vitamin C kemudian larutkan dalam etanol p.a sebanyak 5 mL, buat larutan stok dengan konsentrasi 25, 50, 75, 100, 125

$\mu\text{g/mL}$  dengan ditambahkan larutan etanol p.a mencapai tanda batas (5 mL), dengan pengulangan sebanyak 3 kali. Kemudian pada masing-masing konsentrasi dipipet 2 mL dan diinkubasi selama 30 menit. Sampel vitamin C p.a dilakukan uji spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 517 nm. Setelah absorbansi didapat, aktivitas inhibisi dapat dihitung menggunakan rumus berikut:

$$\% \text{ inhibisi} = \frac{\text{absorbansi blanko} - \text{absorbansi sampel}}{\text{absorbansi blanko}} \times 100\%$$

### 3.5.6 Prosedur Pembuatan Masker Clay

Pembuatan sediaan masker *Clay* mengacu pada penelitian (Nurussakinah *et al.* 2023). Tahap pertama yang dilakukan pada pembuatan masker yaitu dengan cara menimbang bahan sesuai dengan formula yang sudah ditentukan. Kemudian siapkan lumpang, tuangkan aquadest dengan bentonite hingga terbasahi, tambahkan xanthan gum dan Titanium dioxide digerus cepat hingga larut, setelah itu masukan kaolin sedikit demi sedikit sambil diaduk perlahan dan tambahkan gliserin.

Pada tahap ketiga larutkan metil paraben menggunakan air panas untuk menghasilkan larutan A, dan sodium lauril sulfat dilarutkan dengan aquadest untuk mendapatkan larutan B. Untuk tahap keempat masukan larutan A kedalam mortir dan digerus secara perlahan, setelah itu tambahkan larutan B gerus kembali sampai homogen, tambahkan ekstrak daun kelor dan gerus hingga homogen.

### 3.5.7 Uji Evaluasi Mutu Fisik Sediaan

#### 3.5.7.1 Uji Organoleptik

Uji organoleptik dilakukan dengan cara pengamatan terhadap karakteristik melalui tekstur, bau dan warna, dari *Clay mask* (Fauzia, 2018).

#### 3.5.7.2 Uji Daya Ikat Air

Timbang sebanyak 1g sediaan masker masukan kedalam tabung sentrifus 50 mL, masukan aquadest sebanyak 10 mL kedalam tabung, tabung sentrifus diputar dengan kecepatan 6000 rpm selama 10 menit dan

cairan dipisahkan dari campur dengan cara disaring lalu diukur volumenya (Fahdliansyah *et al*, 2023).

Uji daya ikat air dilakukan dengan cara:

$$\% \text{ Daya Ikat Air (DIA)} = \frac{\text{Volume air yang diserap}}{\text{berat (g)masker clay}} \times 100\%$$

### 3.5.7.3 Uji Daya lekat

Uji daya lekat dilakukan dengan cara sejumlah 0,5 gr sampel diletakkan di dua objek glass kemudian ditindih dengan beban seberat 1 kg selama 1 menit kemudian obyek gelas dibuat posisi berdiri dan salah satunya diikat dengan beban 80 g. Waktu yang dibutuhkan untuk kedua objek glass tersebut terlepas dihitung sebagai daya lekat. (Dipahayu dan Lestari, 2021).

### 3.5.7.4 Uji Daya Sebar

Uji daya sebar dilakukan dengan cara Sebanyak 0,5 g sediaan masker diletakkan di atas kaca arloji, dimana kaca arloji bagian atas dibebani dengan menggunakan anak timbangan 1 g, 2 g, dan 5 g. Masing-masing diberi rentang waktu 1-2 menit, selanjutnya diameter penyebaran diukur pada setiap penambahan beban.

### 3.5.7.5 Uji Waktu Kering

Uji waktu kering dilakukan dengan cara 0,5 g dari sediaan dioleskan di atas kulit, kemudian kecepatan pengeringan dan pembentukan lapisan film oleh sediaan diukur dengan menggunakan stopwatch (Sholikhah dan Apriyani, 2019)

### 3.5.7.6 Uji pH

Timbang 1 g sampel, lalu encerkan dengan air suling hingga volume 10 mL. Pengukur pH yang dikalibrasi mengukur pH sediaan dengan menggunakan pH meter (Indarto *et al.*, 2022).

### 3.5.7.7 Uji Viskositas

Sediaan *Clay* mask sebanyak 50 mL ditempatkan pada viskometer Brookfield, kemudian diatur nomor spindle dan kecepatan yang akan digunakan (Rahmawanty, 2015).

### 3.5.7.8 Uji Homogenitas

Timbang 0,5 g masker *Clay* diletakkan diatas object glass, kemudian tutup dengan penutup object glass. Amati sediaan masker tersebut homogen atau tidak. Dikatakan homogen apabila sediaan tersebut terdapat penyebaran partikel secara merata, warna yang seragam dan tidak terdapat gumpalan (Sholikhah & Apriyani, 2019).

### 3.5.7.9 Uji Elastisitas

Uji elastisitas dilakukan dengan mengoleskan 0,5 gr masker diatas kaca objek dibiarkan mengering sampai membentuk film.

### 3.5.7.10 Uji Stabilitas

Uji stabilitas dilakukan dengan metode cycling test selama 12 hari (6 siklus) pada suhu 4° selama 24 jam, lalu dipindahkan ke dalam oven bersuhu 40° selama 24 jam (perlakuan ini adalah 1 siklus). Perlakuan yang sama diulangi sejumlah 6 siklus dan dilakukan pengamatan organoleptis (warna, bau dan bentuk) (Febriani *et al.*, 2021).

### 3.5.7.11 Uji Iritasi

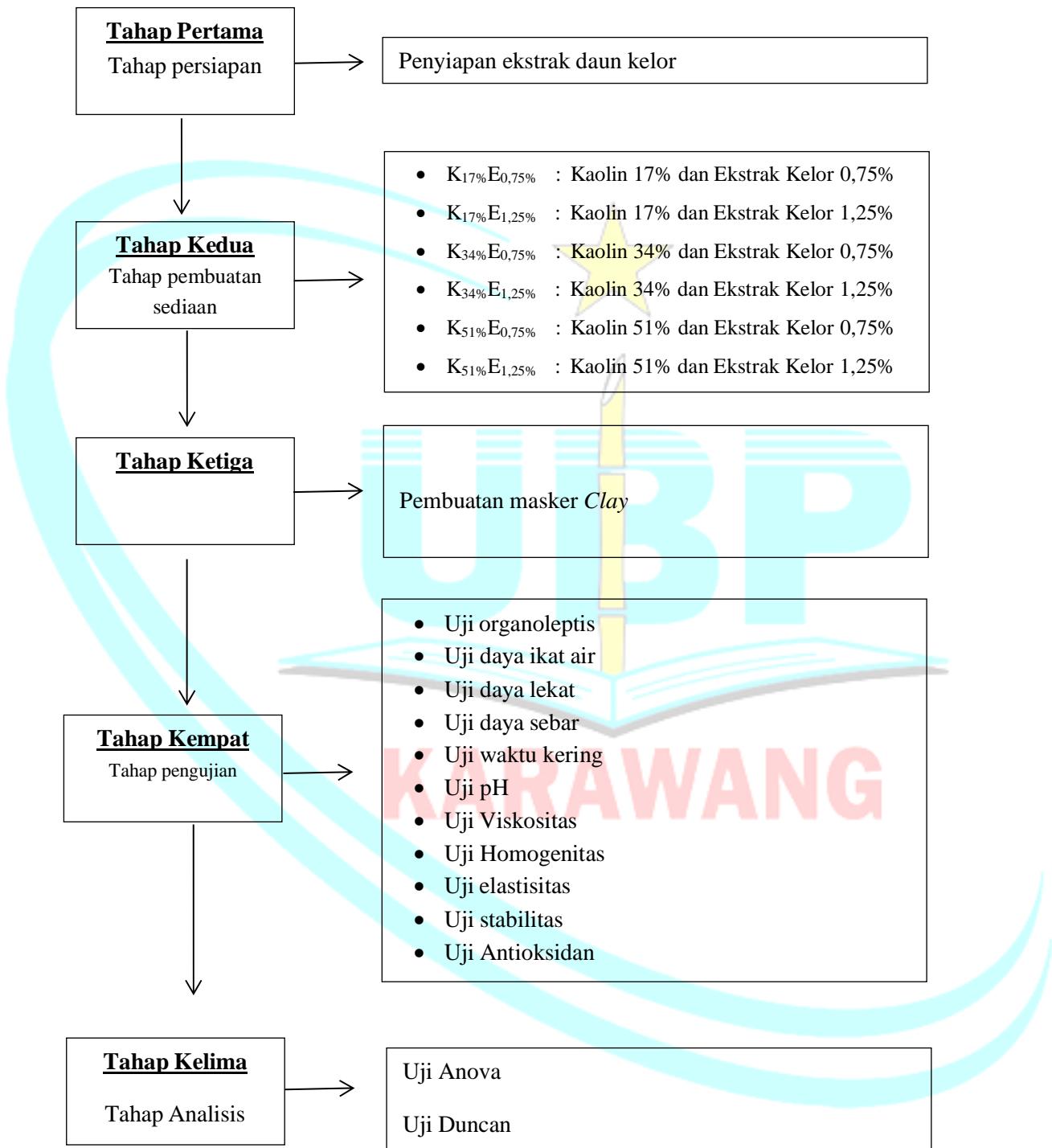
Uji iritasi dilakukan dengan metode patch test terhadap 30 orang relawan pada setiap formulanya. Uji patch test yaitu uji yang dilakukan dengan cara mengoleskan sediaan pada punggung tangan relawan dibiarkan terbuka dan diamati selama 10-25 menit (Khairina *et al.*, 2022). Dapat diketahui iritasi bila relawan mengalami gejala kemerahan, gatal-gatal atau Bengkak pada kulit yang diberi perlakuan (Giniting *et al.*, 2022).

### 3.5.7.12 Analisis Data

Data yang diperoleh dianalisis dengan uji ANOVA, dan dilanjutkan dengan uji Duncan dengan tingkat kepercayaan 95%. Data yang diperoleh ditampilkan dalam bentuk tabel dan grafik.

### 3.6 Alur Penelitian

Alur penelitian pada dapat dilihat pada Gambar 3.1 sebagai berikut:



**Gambar 3. 1** Diagram Alur Penelitian