

OPTIMASI DAN ANALISA KADAR TOTAL PIGMEN KLOROFIL DALAM FORMULA MASKER GEL *PEEL OFF* EKSTRAK ETANOL KULIT BUAH SEMANGKA KUNING (*Citrullus lanatus* Thunb)

Ungsari Rizki Eka Purwanto*; Lilies Wahyu Ariani

Sekolah Tinggi Ilmu Farmasi “Yayasan Pharmasi Semarang”

Jl. Letnan Jendral sarwo Edie Wibowo Km. 1, plamongansari, Pucanggading, Semarang

*Email : ungsari.farmasi@gmail.com

Abstract

Most of the yellow watermelon skin only becomes waste. Yellow watermelon peel can be processed into a product so that it can still be utilized. The ability of watermelon peel to inhibit the Staphylococcus aureus bacteria and its ability as an antioxidant, can create the idea of a peel off gel mask product. The purpose of this study was to determine the optimum composition of Polyvinyl Alcohol (PVA) as a film forming layer and Hydroxypropyl Methylcellulose (HPMC) as a gelling agent for the physical properties of peel off gel mask product.

Yellow watermelon skin extraction was carried out by remaceration with ethanol 96% solvent combination and d- α -tocopherol. The response parameters used in the optimization assessment of the preparation are dispersion, adhesion, pH, dry time. The optimum formula is obtained based on analysis with Design Expert 10.0 software. The optimum formula of peel off gel mask ethanol extract of yellow watermelon peel had dispersion diameter of 4.77 μ m; adhesion of 3.87 seconds; dry time was 5.98 minutes and pH was 5.90. This formula can maintain chlorophyll levels from watermelon skin extract in a gel peel off mask

Keywords : watermelon, PVA, HPMC, mask, optimization

PENDAHULUAN

Buah semangka memiliki kulit yang keras, berwarna hijau pekat atau hijau muda dengan larik-larik hijau tua tergantung kultivarnya (Daniel, 2014). Kebanyakan dari kulit buah semangka hanya menjadi limbah (Pita, 2007). Bagian kulit buah semangka dapat diolah menjadi suatu produk sehingga tetap dapat dimanfaatkan.

Kulit buah semangka mengandung sebagian besar *citrulline*, serta kaya akan vitamin, mineral, enzim, dan klorofil (Sobir dan Firmansyah, 2010). Selain berperan sebagai biopigmen, klorofil diketahui dapat berpotensi sebagai antioksidan dan antibakteri (Rosahdi, dkk., 2016; Dimara dan Yenusi, 2011)

Penelitian baik pada tingkat laboratorium maupun pada skala penelitian besar menunjukkan bahwa terdapat

aktivitas antibakteri kulit semangka terhadap pertumbuhan *Staphylococcus aureus* secara in vitro. Pada konsentrasi 14 mg/mL ekstrak etanol kulit semangka dapat bersifat bakterisidal untuk *Staphylococcus aureus* (Harahap, 2016). Penelitian lain menunjukkan jus kulit buah semangka memiliki aktivitas antioksidan (Ismayanti, dkk., 2016). Konsentrat sari kulit semangka kuning sebesar 4% menunjukkan aktivitas *antiaging* yang lebih baik dibandingkan kulit semangka merah dalam suatu penelitian formulasi krim *antiaging* (Mughny, 2016). Hal ini menunjukkan bahwa kulit semangka kuning sangat berpotensi dikembangkan menjadi produk kosmetik.

Produk kosmetik selain krim yang banyak disukai adalah bentuk sediaan kosmetika topikal produk yang praktis dalam pemakaiannya berupa gel seperti

masker gel *peel off*. Masker wajah *peel off* merupakan salah satu jenis masker wajah yang mempunyai keunggulan pada penggunaannya yaitu dapat dengan mudah dilepas atau diangkat seperti membran elastis (Rahmawanty, dkk., 2015).

Pada sediaan *peel off* terdapat Polivinil Alkohol (PVA) yang berperan dalam pembentukan lapisan film yang mudah dikelupas setelah kering karena memiliki sifat adhesif (Brick dkk., 2014) Konsentrasi PVA merupakan faktor terpenting yang berpengaruh terhadap kinerja pembentukan film dalam masker wajah *peel off* (Beringhs, dkk., 2013). Konsentrasi agen pengental atau agen pembentuk gel dalam formulasi masker wajah gel *peel off* juga dapat berpengaruh terhadap viskositas dan waktu pengeringan sediaan, sehingga diperlukan suatu optimasi formula untuk menghasilkan sediaan masker *peel off* dengan karakteristik fisik yang baik.

METODE PENELITIAN

Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah timbangan analitik, kain flanel, cawan, alat-alat gelas, lumpang dan stamper, pH meter, plat kaca, spektrofotometer.

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah kulit semangka kuning, etanol 96%, d- α -tokoferol, polivinil alkohol (PVA), hidrosipropil metilselulosa (HPMC), propilenglikol, nipagin, nipasol, aquadest.

CARA KERJA

Penyiapan simplisia

Kulit semangka kuning segar yang telah didapat, disortasi basah, dibersihkan. Selanjutnya diiris tipis kemudian ditimbang.

Penyarian

Metode yang digunakan adalah maserasi. Sebanyak 50 g kulit semangka kuning yang telah diiris tipis, dimaserasi dalam 250 mL

etanol 96% dan ditambah d- α -tokoferol 100IU didiamkan selama 24 jam. Maserat yang diperoleh ditampung, kemudian diremaserasi kembali sebanyak satu kali. Maserat dievaporasi dan kandungan pelarut dihilangkan menggunakan waterbath dengan menjaga suhunya 60°C.

Optimasi Formula Masker Gel Peel Off Ekstrak Kulit Semangka Kuning

Optimasi formula *peel off* ekstrak kulit semangka kuning menggunakan software *design Design Expert® 10.0* dan metode yang digunakan *Simplex Lattice Design* dengan 2 komponen yang dioptimasi yaitu HPMC dan PVA. Respon yang digunakan yaitu daya sebar, daya lekat, pH, viskositas, dan waktu pengeringan.

Tabel 1. Formula Masker Gel Peel Off Ekstrak Kulit Semangka Kuning

Nama Bahan	Konsentrasi
Ekstrak Etanol Bunga Rosela	14 mg/ mL
PVA	10 – 15 %
HPMC	0 – 5 %
Propilenglikol	10%
Etanol 96%	5%
Nipagin	0,2%
Nipasol	0,2%
Aquadest	ad 100%

Tabel 2. Optimasi komposisi PVA dan HPMC pada Formula Masker Gel Peel Off Ekstrak Kulit Semangka Kuning

Formula Optimasi	PVA	HPMC
1	12,5%	2,5%
2	13,75%	1,25%
3	10%	5%
4	15%	0
5	10%	5%
6	11,25%	3,75%
7	15%	0
8	12,5%	2,5%

Cara Pembuatan

Pada setiap formulasi optimasi dibuat 5 g sediaan. Polivinil alkohol ditambah akuadest tiga kalinya lalu dipanaskan sampai warnanya bening dan homogen. HPMC dikembangkan dengan sisa aquadest dibiarkan selama 30 menit. Campur keduanya dalam lumpang dan gerus homogen. Tambahkan propilenglikol, nipagin dan nipasol yang telah dilarutkan dalam etanol 96% dan campurkan sampai terbentuk massa yang homogen. Ekstrak etanol kulit semangka ditambahkan ke basis sedikit demi sedikit campur homogen. Masker gel *peel-off* yang dihasilkan dilakukan evaluasi yang meliputi organoleptis, homogenitas, pH, daya sebar, daya lekat dan kemampuan untuk mengering.

Uji Sifat Fisik Dan Kimia Masker Gel Peel Off Ekstrak Kulit Semangka Kuning

Uji Daya Sebar

Sebanyak 1 gram gel diletakkan secara hati-hati diatas kaca berukuran 20x20 cm. Selanjutnya ditutupi dengan kaca yang lain dan digunakan pemberat diatasnya hingga bobot mencapai 150 gram, kemudian diukur diameternya setelah 1 menit.

Uji Daya Lekat

Sampel sebanyak 0,1 gram diletakkan pada objek glass pada alat uji daya lekat. Beban 500 gram ditambahkan kemudian didiamkan selama 1 menit. Setelah 1 menit beban diturunkan. Ditarik tali beban 65gram pada alat uji dan catat waktu hingga objek glas terlepas.

Uji Lama Pengeringan

Pengujian waktu kering dilakukan dengan cara mengoleskan gel sebanyak 0,1 gram secara merata dengan area pengolesan 2,5x2,5 cm dilengan tangan dan diamati waktu yang diperlukan sediaan mengering, yaitu waktu dari saat mulai dioleskannya masker gel hingga terbentuk lapisan yang kering dan elastis yang dapat dikelupas dari permukaan kulit tanpa meninggalkan massa gel.

Uji pH Sediaan

Alat terlebih dahulu dikalibrasi dengan menggunakan larutan dapar standar netral (pH 7,01) dan larutan dapar pH asam (pH 4,01) hingga alat menunjukkan harga pH tersebut. Kemudian elektroda dicuci dengan air suling, lalu dikeringkan dengan tissue. Sampel dibuat dalam konsentrasi 1% yaitu ditimbang 1 gram sediaan dan dilarutkan dalam 100 ml air suling. Kemudian elektroda dicelupkan dalam larutan tersebut. Dibiarkan alat menunjukkan harga pH sampai konstan. Angka yang ditunjukkan pH meter merupakan pH sediaan.

Analisis total kadar pigmen klorofil

Analisis total kadar pigmen klorofil mengacu pada penelitian Maulid dan Laily, 2015 :

- Sejumlah sampel ditambah dengan alkohol 96% sampai semua klorofil terlarut (ditandai dengan keluarnya warna hijau).
- Sampel disaring dan 5 mL supernatan ditampung dalam labu ukur 10 mL dan dicukupkan kembali dengan etanol 96% hingga batas labu ukur.
- Kadar klorofil kemudian diukur dengan spektrometer pada λ 649 dan 665 nm. Kadar klorofil total dihitung dengan rumus *Wintermans dan de Mots* :

Klorofil a (mg/L) = $(13,7 \times \text{OD } 665) -$

$(5,76 \times \text{OD } 649)$(1)

Klorofil b (mg/L) = $(25,8 \times \text{OD } 649) - (7,7 \times \text{OD } 665)$(2)

Klorofil Total (mg/L) = $20 (\text{OD } 649) + 6,1 (\text{OD } 665)$(3)

Keterangan : OD (optical density) atau nilai absorbansi klorofil.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Komponen yang menjadi fokus penelitian kulit semangka kuning ini adalah klorofil. Klorofil terbagi dua yaitu klorofil a dan klorofil b dengan perbandingan pada tanaman 1:3. Kandungan klorofil total pada tanaman sekitar 0,6-2%. 7 Rumus molekul klorofil a adalah $C_{55}H_{72}N_4O_5Mg$ dan

klorofil b adalah $C_{55}H_{70}N_4O_6Mg$ (Phu, 2014).

Walaupun klorofil tidak larut dalam air, klorofil merupakan senyawa polar dengan tingkat kepolaran yang rendah. Hasil penelitian Marwan Mahmud menunjukkan bahwa pelarut yang baik untuk mengekstrak klorofil adalah etanol karena lebih mudah melarutkan klorofil dengan tetapan dielektrik 24% dengan polaritasnya yang besar (Juansah, dkk., 2013). Pada maserasi juga ditambahkan α -tokoferol yang berfungsi mencegah pencoklatan (*browning*) dari klorofil. Pencoklatan (*browning*) merupakan proses pembentukan pigmen berwarna kuning yang akan segera berubah menjadi coklat gelap. Pembentukan warna coklat ini dipicu oleh reaksi oksidasi yang dikatalisis oleh enzim fenol oksidase atau polifenol oksidase. Kedua enzim ini dapat mengkatalis oksidasi senyawa fenol menjadi quinon dan kemudian dipolimerasi menjadi pigmen melaniadin yang berwarna coklat (Mardiah 1996).

Hasil ekstrak yang didapatkan dari hasil penyarian adalah 1,360 gram dengan organoleptis ekstrak berwarna hijau dan tidak berbau. Ekstrak ini kemudian diformulasikan ke dalam sediaan masker

Formula Optimasi	Respon evaluasi sediaan yang dinilai			
	Daya sebar (cm ²)	Daya Lekat (detik)	Waktu Mene-ring (menit)	pH
1	4,475	4,88	10,1	5,81
2	3,975	5,12	12,14	5,98
3	4,20	4,68	4,52	5,87
4	5,475	2,38	7,32	6,01
5	4,21	4,61	3,17	5,83
6	4,10	2,76	6,09	5,88
7	5,50	4,22	9,04	6,05
8	4,40	4,96	10,3	5,83

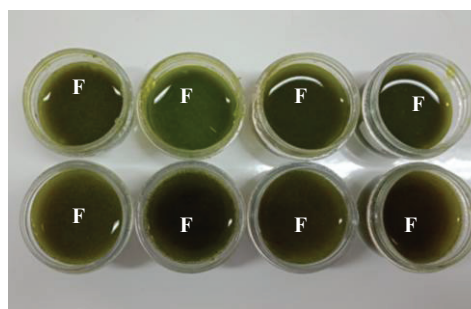
gel *peel off*. Hasil respon optimasi formula masker gell *peel off* ekstrak kulit semangka kuning dapat dilihat pada tabel 3.

Pada *software Design Expert*®10.0, masing-masing hasil respon akan dianalisis oleh untuk mendapatkan persamaan

polinomial dengan ordo yang cocok (linier, kuadratik, kubik spesial, kubik, kuartik dan kuartik spesial). Terdapat tiga proses untuk mendapatkan persamaan polinomial yaitu berdasarkan *sequential model sum of squares [Type I]*, *lack of fit test*, dan *model summary statistics*. Ketiga proses ini dapat dilihat pada kolom *fit summary*.

Model yang terbaik adalah model yang mempunyai $-Adjusted\ R-Squared$ dan $-Predicted\ R-Squared$ maksimum (mendekati 1.0). Berdasarkan ketiga proses tersebut, *software Design Expert*®10.0 akan memberikan saran model polinomial dengan ordo terbaik untuk masing-masing respon.

Tabel 3. Hasil Respon Optimasi Formula Masker Gel Peel Off Ekstrak Kulit Semangka Kuning



Gambar 1. Delapan Formula Optimasi Masker Gel Peel Off Ekstrak Etanol Kulit Semangka Kuning

Analisa hubungan komponen yang dioptimasi (PVA dan HPMC) dengan respon yang dihasilkan dapat dilihat dari persamaan matematika hasil uji ANOVA masing-masing respon.

Daya Sebar : $Y = 5,36\ PVA + 4,25\ HPMC - 2,42\ (PVA)(HPMC) \dots\dots\dots(4)$

Daya Lekat : $Y = 3,56\ PVA + 4,25\ HPMC - 2,62\ (PVA)(HPMC) \dots\dots\dots(5)$

Waktu Kering : $Y = 7,30\ PVA + 5,45\ HPMC - 1,49\ (PVA)(HPMC) - 8,13\ (PVA)(HPMC) \dots\dots\dots(6)$

FO	Daya Sebar (cm ²)	Daya Lekat (detik)	Waktu Menguering (menit)	pH
FO 1	4,68	4,15	6,02	5,90
FO 2	4,65	4,22	5,98	5,90
FO 3	4,72	4,18	5,96	5,91
Rata-rata	4,68 ±0,04	4,18 ±0,04	5,99±0,03	5,90 ±0,01
Prediksi Design Expert	4,75	4,13	5,92	5,95

pH : $Y = 6,04 \text{ PVA} + 5,86 \text{ HPMC} - 0,35 \text{ (PVA)(HPMC)}$ (7)

Pada persamaan 4 didapatkan nilai konstanta positif terbesar ada pada PVA, hal ini dapat diartikan bahwa konsentrasi PVA paling berpengaruh terhadap diameter sebar sediaan, sedangkan kombinasinya dengan HPMC belum cukup baik untuk menghasilkan diameter sebar yang maksimal. Sediaan masker wajah peel off yang baik akan menghasilkan daya sebar 5-7 cm. Peningkatan konsentrasi gliserin yang dikombinasikan dengan gelatin akan menghasilkan daya sebar yang tinggi (Rahmawanty dkk., 2015). Pada formula optimum diameter sebar yang dihasilkan masih berada di bawah 5 cm, yaitu 4,68 cm ±0,04.

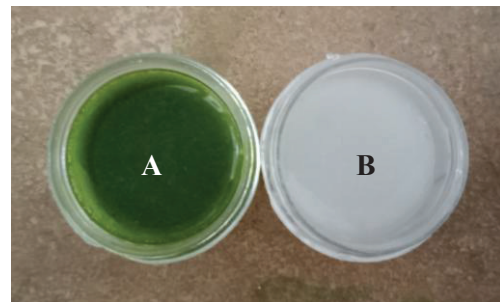
Pada respon daya lekat, HPMC lebih berpengaruh daripada PVA. Hal ini terlihat pada persamaan 5 bahwa HPMC memiliki nilai konstanta positif lebih tinggi. Daya lekat pada maske gel peel off tentunya akan berbeda dengan daya lekat pada sediaan gel biasa, karena kontak sediaan dengan kulit tidak lebih dari 6 menit.

Pada persamaan 6, terlihat bahwa konstanta positif yang paling tinggi ada pada konsentrasi PVA. Hal ini menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi PVA semakin cepat waktu mengering. PVA berperan penting dalam ketebalan film setelah mengering.

Ketebalan film setelah mengering proporsional dengan konsentrasi PVA (Berings dkk., 2013).

Formula optimum hasil analisa dengan bantuan *software Design Expert*®10.0 adalah sediaan dengan komposisi PVA 14,01% dan HPMC 0,99%. Hasil uji sediaan optimum dapat dilihat pada tabel 4.

Tabel 4. Hasil Respon Formula Optimum Masker Gel Peel Off Ekstrak Kulit Semangka Kuning



Gambar 2. A) Salah Satu Replikasi Formula Optimum Masker Gel Peel Off Ekstrak Kulit Semangka Kuning; B) Salah Satu Replikasi Formula Optimum Masker Gel Peel Off Tanpa Ekstrak Kulit Semangka Kuning

Hasil analisa total kadar pigmen klorofil menunjukkan klorofil pada ekstrak kulit semangka yang telah diformulasi menjadi sediaan masker gel peel off masih dapat bertahan. Pada percobaan, 70 mg ekstrak kulit semangka kuning yang dilarutkan dalam 5mL etanol 96%, disaring, kemudian dicukupkan hingga 10 mL etanol 96%. Hasil menunjukkan kadar total pigmen klorofil adalah sebesar 540,6 mg/L ±0,01 atau 2,7 mg/5mL ±0,01. Percobaan pada 2 gram sampel sediaan dengan perlakuan yang sama menunjukkan kadar total pigmen klorofil sebesar 363,1 mg/L ±0,02 atau 1,8 mg/5mL ±0,02.

KESIMPULAN

Formula optimum tercapai pada komposisi kombinasi PVA sebesar 14,01% dan HPMC sebesar 0,99 %. Formulasi ini

masih dapat mempertahankan kadar klorofil dari ekstrak kulit semangka dalam sediaan masker gel *peel off*.

DAFTAR PUSTAKA

- Beringhs, A.O., M.R. Julia, K.S. Hellen, M.B. Rosane, and S. Diva, 2013, Green clay and aloe vera peel-off facial masks: response surface methodology applied to the formulation design. *AAPS Pharm Sci Tech.* **14 (1)**: 445-455.
- Birck, C., S. Degoutin, N. Tabary, V. Miri, and M. Bacquet, 2014, New crosslinked cast films based on poly (vinyl alcohol): preparation and physico-chemical properties. *Express Polymer Letters.* **8 (12)**: 941-952.
- Daniel, Andri, 2016, *Intensif Bertanam Semangka Tanpa Biji*, Yogyakarta : Pustaka Baru Press.
- Dimara, Lisiard dan Yenusi, Tien Nova B., 2011, Uji Aktivitas Antibakteri dan Antioksidan Ekstrak Pigmen Klorofil Rumpun Laut *Caulerpa racemosa* (Forsskal) J.Agardh, *Jurnal Biologi Papua* **3(2)** : 53-58
- Harahap, Mariska Apriska, 2016, Uji Aktivitas Antibakteri Ekstrak Etanol Kulit Buah Semangka Merah (*Citrullus lanatus* (Thunb.) Matsum & Nakai) terhadap *Escherichia coli* dan *Staphylococcus aureus*. Medan : Universitas Sumatera Utara.
- Ismayanti, Syaiful Bahri, Nurhaeni, 2013, Kajian Kadar Fenolat Dan Aktivitas Antiosidan Jus Kulit Buah Semangka (*Citrullus lanatus*) Online Jurnal of Natural Science, **2(3)** : 100-110.
- Juansah, J., Ariyanti, A.R., Akhiruddin, 2013, Potensi Metode Optik Untuk Pendugaan Kandungan Antosianin Pada Buah Black Mulberry Dan Stroberi, *Jurnal Biofisika*, **9(1)** : 22-30
- Mardiah E. 1996. Penentuan aktivitas dan inhibisi enzim polifenol oksidase dari apel (*Pyrus malus* Linn.). *Jurnal Kimia Andalas* **2(2)**
- Marwan Mahmud, 1994, Pemurnian Klorofil Daun Suji (*Pleomete angustifolia* N. E Brown). Bogor : Institut Pertanian Bogor.
- Maulid, R.R. dan Laily, A.N., 2015, Kadar Total Pigmen Klorofil dan Antosianin Ekstrak Kastuba (*Euphorbia pulcherrima*) Berdasarkan Umur Daun. Prosiding Seminar Nasional Konservasi dan Pemanfaatan Sumber Daya Alam.
- Mughny, Ulla Dwi, 2016, Formulasi Dan Uji Efektivitas Krim Anti-Aging Dari Konsentrat Sari Kulit Buah Semangka Merah (*Citrullus lanatus* Thunb) Dan Semangka Kuning (*Citrullus lanatus* Thunb), Medan : Universitas Sumatera Utara.
- Rahmawanty, Dina., Nita. Yulianti, dan Mia. Fitriana, 2015, Formulasi dan Evaluasi Masker Wajah Peel-Off Mengandung Kuersetin Dengan Variasi Konsentrasi Gelatin dan Gliserin."Media Farmasi, **12 (1)**: 17-32.
- Rosahdi, Tina Dewi; Susanti, Yuli dan Suhendar, Dede, 2015, Uji Aktivitas Daya Antioksidan Biopigmen Pada Fraksi Aseton Dari Mikroalga *Chlorella vulgaris*, *Jurnal Istek Edisi Juni*, **9(1)** : 1-16.
- Sobir dan Firmansyah, D.Siregar, 2010, *Budidaya Semangka Panen 60 Hari*, Depok : Penebar Swadaya.