

DAFTAR PUSTAKA

- Barel, A. O., M. Paye, & H. I. Maibach. 2009. Handbook of Cosmetic Science and Technology. New York: Informa Healthcare USA, Inc.
- Departemen Kesehatan RI. 1995. Farmakope Indonesia, Edisi IV. Jakarta.
- Departemen Kesehatan RI. 2014. Farmakope Indonesia Edisi V. Jakarta.
- Direktorat Jenderal Perikanan Tangkap. 2019. Statistik Perikanan Tangkap Indonesia Tahun 2019. Kementerian Kelautan dan Perikanan
Kementerian Kelautan dan Perikanan. Jakarta.
- Direktorat Jenderal Perikanan. 1979. Buku pedoman pengenalan sumber perikanan laut bagian 1 (Jenis-jenis ikan ekonomis penting). Direktorat Jenderal Perikanan. Departemen Pertanian. Jakarta.
- Draelos, Z. D. & L. A. Thaman. 2006. Cosmetic Science and Technology Series. Volume 30, Cosmetic Formulation of Skin Care Products. Taylor & Francis Group. New York.
- Friess, W. 1998. Collagen – biomaterial for drug delivery. Eur. J. Pharm. Biopharm., 45:113-136.
- Gómez-Guillén, M. C., J. Turnay, M. D. Fernández-Díaz, N. Ulmo, M. A. Lizaabe, & M. P. Montero. 2002. Structural and physical properties of gelatin extracted from different marine species. Food Hydrocolloids, 16: 25–34.
- Kantor Berita Religius Nasional. 2018. Mengandung kolagen, sisik ikan bandeng dijadikan masker wajah. <https://Duta.co>. Diakses pada tanggal 5 April 2020.
- Kim, S. K. & E. Mendis. 2006. Bioactive compounds from marine processing by products- A review. Food Research International, 39: 383-393.
- Kumar, M. H., V. Spandana, & T. Poonam. 2011. Extractoin and determination of collagen peptide and its clinical importance from tilapia fish scales (*Oreochromis niloticus*). International Research Journal of Pharmacy, 2(10): 97-99.
- Lee, C. H., A. Singla, & Y. Lee. 2001. Biomedical applications of collagen. Int. J. Pharm., 221: 1-22.
- Li, Z., B. Wang, C. Chi, Q. Zhang, Y. Gong, J. Tang, H. Luo, & G. Ding. 2013. Isolation and characterization of acid soluble collagens and pepsin soluble collagens from the skin and bone of Spanish mackerel (*Scomberomorus niphonius*). Food Hydrocolloids, 31(1): 103–113.
- Muyonga, J. H., C. G. B. Coleb, & K. G. Duodu. 2004a. Characterisation of acid soluble collagen from skins of young and adult Nile perch (*Lates niloticus*). Food Chemistry, 85: 81-89.
- Nalinanon, S., S. Benjakul, & W. Visessanguan. 2008. Improvement of gelatin extraction from bigeye snapper skin using pepsin-aided process in combination with protease inhibitor. Food Hydrocolloids, 22: 615–622.
- Peranginangin, R., Murniyati, Nurhayati, & W. Rahmad. 2014. Pengolahan Kolagen dari Kulit Ikan Nila. Jakarta: Penebar Swadaya.

- Potaros, T., N. Raksakulthai, J. Runglerdkreangkrai, & W. Worawattanamateekul. 2009. Characteristics of collagen from Nile tilapia (*Oreochromis niloticus*) skin isolated by two different methods. *Kasetsart Journal*, 43, 584-593.
- Rahmawanty, D., N. Yulianti, & M. Fitriana. 2015. Formulasi dan evaluasi masker wajah *peel-off* mengandung kuersetin dengan variasi konsentrasi gelatin dan gliserin. *Media Farmasi*, 12 (1): 17-32.
- Schrieber, R. & H. Gareis. 2007. *Gelatin Handbook. Theory and Industrial Practice*. Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Velasco, M. 2014. Short-term clinical of peel off facial mask moisturizers. *International Journal of Cosmetic Science*, 36: 355–360.
- Wulandari, B. & R. E. Monica. 2017. Pembuatan Masker Wajah *Peel Off* Berbasis Gelatin dari Sisik Ikan Kakap Merah dengan Metode Hidrolisis. Tugas Akhir. Program Studi DIII Teknik Kimia, Departemen Teknik Kimia Industri, Fakultas Vokasi, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.
- Zarai, Z., R. Balti, H. Hafedh Mejdoub, Y. Gargouri, & A. Sayari. 2012. Process for extracting gelatin from marine snail (*Hexaplex trunculus*): Chemical composition and functional properties. *Process Biochemistry*, 47: 1779–1784.

II. METODE PENELITIAN UMUM

A. Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan di Laboratorium Biokimia Politeknik Negeri Pangkajene dan Kepulauan, Laboratorium Penelitian Sekolah Tinggi Ilmu Farmasi (STIFA) Makassar, Laboratorium Kualitas Air Fakultas Ilmu Kelautan dan Perikanan Universitas Hasanuddin, Laboratorium Saraswanti Indo Genetech, Laboratorium Kimia Organik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin dan PT Ismut Fitomedika Indonesia.

B. Bahan dan Prosedur Penelitian

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah ikan barakuda (*S. jello*) segar yang diperoleh dari Tempat Pelelangan Ikan (TPI) Maccini Baji, Kelurahan Pundata Baji, Kecamatan Labakkang, Kabupaten Pangkajene dan Kepulauan. Ikan barakuda disiangi dan difilet. Sampel kulit ikan dibersihkan, kulit ikan dipisahkan dari daging dengan menggunakan pisau. Kulit dibersihkan dan dipisahkan dari sisa-sisa daging yang menempel dengan cara dikerok, kemudian dicuci dengan air mengalir dan dipotong-potong kecil lalu dimasukkan dalam plastik yang ditutup rapat dan disimpan dalam *freezer* sebelum diolah ke tahap berikutnya. Penyimpanan dalam *freezer* ini ditujukan untuk menjaga kualitas dan kesegaran sampel kulit ikan. Adapun bahan-bahan yang digunakan pada formulasi sediaan gel masker *peel off* adalah kolagen kulit ikan barakuda, Polivinil Alkohol (PVA), Carbopor 940, Gliserin, *Dimethyloldimethyl Hydantoin* (DMDM *Hydantoin*), Trietanolamin (TEA), akuades bebas CO₂.

Tahapan yang dilakukan dalam penelitian ini yaitu tahap karakterisasi komposisi kimia kulit ikan barakuda sebagai bahan baku kolagen, karakterisasi sifat fisik dan kimia kolagen kulit ikan barakuda sebagai bahan baku *cosmetic grade*, karakterisasi fisik dan analisa tingkat iritasi sediaan gel masker *peel off* pada kulit sukarelawan.

1. Tahap karakterisasi komposisi kimia kulit ikan barakuda

Sampel yang digunakan adalah kulit ikan barakuda (*S. jello*) yang segar. Preparasi kulit ikan barakuda yang digunakan sebagai sampel adalah kulit ikan dibersihkan dan dipisahkan dari sisa daging yang masih menempel pada kulit. Sampel kulit ikan barakuda yang telah dipotong-potong, dikemas dengan plastik polietilen tertutup dan disimpan dalam *freezer* lemari pendingin sampai sampel

tersebut digunakan. Penyimpanan dalam *freezer* ini ditujukan untuk menjaga kualitas dan kesegaran sampel kulit ikan.

Kulit ikan barakuda diambil dari *freezer*, selanjutnya dikarakterisasi dengan melakukan analisis komposisi kimia yang meliputi kadar air, protein, lemak dan abu dan analisis kadar logam berat (Hg, Pb, dan As). Kadar logam berat dianalisis menggunakan *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS). Tahap ini bertujuan mengevaluasi karakteristik kimia kulit ikan barakuda sebagai bahan baku kolagen

2. Tahap karakterisasi fisik dan kimia kolagen ikan

Penelitian tahap kedua yaitu karakterisasi fisik dan kimia kolagen ikan. Parameter yang diamati pada karakterisasi fisik adalah analisis viskositas dengan menggunakan Viskometer Brookfield LV, analisis gugus fungsi kolagen dengan *Spektroskopi Fourier Transform Infrared* (FTIR) dan analisis rendemen kolagen diperoleh dari perbandingan berat kering kolagen yang dihasilkan dengan berat bahan kulit (yang telah dibersihkan dari sisa daging dan lapisan lemak). Karakterisasi kimia meliputi analisis derajat keasaman (pH) menggunakan pH meter, analisis protein dengan metode kjedahl, analisis kadar lemak dengan metode soxhlet, analisis kadar air dan kadar abu menggunakan metode pengeringan dengan oven, analisa asam amino penyusun dengan metode HPLC dan ekstraksi kolagen dengan metode demineralisasi dan penghilangan lemak (modifikasi Nagai & Suzuki, 2000; Baehaki et al., 2016).

3. Tahap formulasi dan karakterisasi fisik sediaan gel masker *peel off*

Tahap ketiga yaitu formulasi dan karakterisasi fisik sediaan gel masker *peel off* kolagen berdasarkan standar yang telah ditetapkan. Analisis yang dilakukan pada produk adalah analisis karakteristik fisik meliputi organoleptis, homogenitas, viskositas, waktu sediaan mengering, pH, daya lekat, dan daya sebar.

4. Tahap pengujian iritasi kulit

Tahap keempat adalah pengujian iritasi kulit menggunakan teknik *patch test* yaitu tempel terbuka dengan mengoleskan sediaan (F1, F2, F3, F4, F5, dan F6) seluas 2 cm² selama 30 menit pada bagian lengan bawah kanan sukarelawan dan bagian lengan bawah kiri blanko (F0) sebagai pembanding. Selanjutnya diamati gejala atau reaksi iritasi yang timbul pada kulit (Ningrum, 2018). Uji iritasi dilakukan satu kali dalam sehari selama tiga hari pada 12 orang sukarelawan berbeda. Bila tidak terjadi reaksi apapun diberi tanda (-), bila terjadi

reaksi panas diberi tanda (+), bila terjadi kemerahan diberi tanda (++), bila terjadi reaksi gatal diberi tanda (+++) (Depkes RI, 1995).

Kadar air (AOAC, 2005)

Prinsip dasar analisis kadar air adalah mengetahui kandungan atau jumlah air yang terdapat pada suatu bahan dengan menguapkan air yang terdapat dalam bahan tersebut. Analisis kadar air dilakukan dengan cara cawan porselen kosong dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C selama 1 jam. Cawan selanjutnya diletakkan di dalam desikator (kurang lebih 15 menit) dan dibiarkan sampai dingin, kemudian ditimbang (A). Setelah ditimbang, sebanyak 5 g contoh (kulit ikan barakuda) dimasukkan ke dalam cawan tersebut, kemudian ditimbang kembali (B). Cawan yang telah berisi sampel contoh kemudian dimasukkan ke dalam oven bersuhu 105°C selama 5 jam lalu dimasukkan ke dalam desikator sampai dingin dan selanjutnya ditimbang kembali (C). Kadar air dihitung menggunakan rumus:

$$\text{Kadar air} = \frac{B - C}{B - A} \times 100\%$$

Keterangan: A = Berat cawan kosong (g), B = Berat cawan yang diisi dengan sampel (g), C = Berat cawan dengan sampel yang sudah dikeringkan (g)

Kadar protein (AOAC, 2005)

Prinsip analisis protein adalah untuk mengetahui kandungan protein kasar berdasarkan pada penentuan kandungan nitrogen yang terdapat dalam bahan. Analisis kadar protein dilakukan dalam tiga tahap, yaitu destruksi, destilasi dan titrasi.

Destruksi diawali dengan mengecilkan ukuran partikel sampel (menggunakan blender). Selanjutnya sebanyak 1 g sampel dimasukkan ke dalam tabung kjeldahl yang berisi dua tablet katalis, beberapa butir batu didih, 15 mL H₂SO₄, dan 3 mL hidrogen peroksida, kemudian didiamkan di dalam ruang asam selama 10 menit. Sampel didestruksi selama ± 2 jam pada suhu 410°C atau sampai larutan jernih. Sampel hasil destruksi didiamkan sampai suhunya mencapai suhu kamar kemudian ditambahkan 50-75 mL akuades.

Destilasi diawali dengan menambahkan akuades 50–75 mL dan NaOH 10 mL ke tabung, kemudian labu tersebut dimasukkan ke dalam alat destilasi. Hasil destilasi kemudian ditampung dalam labu erlenmeyer 125 mL yang berisi 25 mL asam borat (H₃BO₃) 4%.

Destilat yang dihasilkan kemudian dititansi dengan HCl 0,1 N sampai terjadi perubahan warna merah muda. Standar blanko juga dianalisis dengan tahapan sama seperti yang dilakukan pada analisis sampel. Kadar protein dihitung menggunakan rumus:

$$\text{Kadar protein} = \frac{(V_a - V_b) \times N \text{ HCl} \times 14.007 \times 6.25}{W} \times 100\%$$

Keterangan: V_a = mL HCl untuk titrasi sampel, V_b = mL HCl untuk titrasi blanko
 N = Normalitas HCl yang digunakan, 14,007 = Berat atom nitrogen, 6,25 = Faktor konversi nitrogen, dan W = Berat sampel (g)

Analisa kadar lemak (AOAC, 1995)

Analisis kadar lemak adalah melarutkan lemak yang terdapat dalam bahan menggunakan pelarut lemak. Sampel ditimbang 2 – 3 g, kemudian dibungkus dengan kertas saring yang telah dikeringkan dan diketahui bobotnya. Ekstraksi dilakukan dengan menggunakan *soxhlet* yang dihubungkan dengan pendingin balik, labu lemak yang berisi beberapa butir batu didih dan *hot plate*. Pelarut yang digunakan adalah heksan dengan volume setengah volume labu didih atau sekitar 250 mL heksan. Ekstraksi dilakukan selama 5 – 6 jam atau sekitar 60 kali putaran. Bekas contoh yang telah terekstrak minyaknya dikeringkan dalam oven serta ditimbang bobotnya sampai diperoleh bobot konstan.

$$\text{Kadar lemak} = \frac{\text{Bobot awal} - \text{Bobot akhir}}{\text{Bobot awal}} \times 100\%$$

Kadar abu (AOAC, 2005)

Prinsip analisis kadar abu adalah untuk mengetahui jumlah abu yang terdapat pada suatu bahan terkait dengan jumlah mineral yang terkandung dalam bahan tersebut. Analisis kadar abu dilakukan menggunakan metode oven. Prosedur analisis abu adalah cawan abu porselin kosong dikeringkan dalam oven pada 105°C selama 30 menit. Cawan tersebut selanjutnya didinginkan dalam desikator selama 15 menit. Cawan ditimbang untuk mengetahui bobot cawan kosong (A). Sampel yang telah dihaluskan ditimbang sebanyak 5 g dimasukkan ke dalam cawan porselin kosong, kemudian ditimbang kembali (B). Cawan berisi sampel dibakar di atas kompor sampai tidak berasap lalu dimasukkan dalam tanur pengabuan bersuhu 600 °C selama 6–8 jam. Cawan kemudian dikeluarkan dengan menggunakan penjepit dan dimasukkan ke dalam

desikator selama 30 menit dan ditimbang beratnya (C). Kadar abu dalam bahan dihitung berdasarkan rumus:

$$\text{Kadar abu} = \frac{C - A}{B - A} \times 100\%$$

Keterangan: A = Berat cawan kosong (g), B = Berat cawan berisi sampel sebelum pengabuan (g), dan C = berat cawan berisi sampel setelah pengabuan (g)

Analisis logam berat merkuri (Hg) (SNI 01-2354.6-2006)

Kandungan logam berat merkuri (Hg) dianalisis menggunakan *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS). Metode analisis logam berat Hg didasarkan pada SNI 01-2354.6-2006. Penentuan kandungan logam berat Hg terbagi atas tiga tahap, yaitu destruksi sampel menggunakan refluks, destruksi sampel menggunakan *microwave*, tahap pembacaan SSA dan perhitungan.

Destruksi sampel menggunakan refluks

Sampel sebanyak 5 g ditambahkan 0,5 mL larutan standar merkuri 1 mg/L ke dalam sampel. Selanjutnya ditambahkan 3 – 5 buah batu didih dan 10 – 20 mg V_2O_5 . Selanjutnya ditambahkan berturut-turut 10 mL HNO_3 65% dan 10 mL H_2SO_4 95 – 97%. Kemudian dilakukan pemanasan dengan panas yang rendah sampai mendidih secara perlahan selama kurang lebih 6 menit dan dilanjutkan dengan panas yang lebih tinggi untuk menghasilkan larutan berwarna coklat kekuningan yang bening. Labu digoyangkan selama destruksi berlangsung sampai zat padat tidak ada lagi kecuali apungan lemak yang tampak setelah didinginkan pada suhu ruang selama kurang lebih 4 menit. Pendingin dibilas dengan 15 mL air deionisasi dengan cara ditambahkan 2 tetes H_2O_2 30 mL melalui ujung atas pendingin. lalu pendingin dibilas dengan 15 mL air deionisasi. Larutan didinginkan pada suhu ruang (labu alas bulat dan pendingin harus tetap bersatu). Selanjutnya labu diangkat dari pendingin, leher labu alas bulat dibilas dengan air deionisasi. Kemudian larutan dipindahkan pada labu takar 100 mL, lalu tepatkan dengan air deionisasi.

Destruksi sampel menggunakan *microwave*

Sampel sebanyak 1 g dimasukkan ke dalam tabung sampel (*vesse!*) lalu ditambahkan 0,5 mL larutan standar Hg 1 mg/L ke dalam sampel dan dihomogenkan dengan menggunakan *vortex* selama 1 menit. Kontrol positif dengan konsentrasi *spiked* yang berbeda ditambahkan volume larutan standar sesuai konsentrasi yang diinginkan, lalu ditambahkan 5 mL HNO_3 65%. Selanjutnya dilakukan destruksi menggunakan *microwave*. Hasil destruksi

dipindahkan ke dalam labu takar 50 mL dan ditepatkan sampai tanda batas dengan larutan pengencer HNO_3 H_2SO_4 .

Tahap pembacaan SSA

Larutan standar disiapkan minimal dengan lima titik kadar yaitu 1 $\mu\text{g/L}$, 5 $\mu\text{g/L}$, 10 $\mu\text{g/L}$, 15 $\mu\text{g/L}$ dan 20 $\mu\text{g/L}$. Sampel, *spiked* dan larutan standar dibaca pada gelombang panjang 253,7 nm. Selanjutnya kadar sampel ditentukan dengan kurva kalibrasi.

Perhitungan

Nilai masing-masing area contoh (sampel) dari hasil pembacaan dimasukkan ke dalam persamaan garis kurva baku

$$Y = a + bX$$

Keterangan: Y = absorbansi, a = intersep, b = slop (kemiringan garis), dan X = konsentrasi contoh yang didapat.

Setelah didapat X kalikan dengan volume akhir dan dibagi dengan berat sampel

$$\text{Kadar merkuri (mg/kg)} = \frac{(D - E) \times FV \times V \left(\frac{\text{mL}}{1000 \text{ mL}}\right)}{W \text{ (g)}}$$

Keterangan: D adalah kadar contoh $\mu\text{g/L}$ dari hasil pembacaan AAS, E adalah kadar blanko contoh $\mu\text{g/L}$ dari hasil pembacaan AAS, W adalah berat contoh (g), V adalah volume akhir larutan contoh yang disiapkan (mL), dan Fp adalah faktor pengenceran.

Catatan: 1) mg/kg setara dengan $\mu\text{g/g}$; 2) Jika hasil pembacaan kadar contoh dan *spiked* pada SSA lebih tinggi dari kadar larutan standar yang digunakan, maka dilakukan pengenceran

Analisis logam berat timbal (Pb)

Metode analisis logam berat Pb didasarkan pada SNI 01-2354.7-2006. Penentuan kandungan logam berat Hg terbagi atas tiga tahap, yaitu desktruksi basah menggunakan *microwave*, pembacaan kurva kalibrasi dan sampel pada AAS, dan perhitungan. Prosedur pengujian logam berat Pb dilakukan dengan cara sampel sebanyak 5 g sampel dalam cawan porselin, ditambahkan 0,25 mL larutan standar Pb 1 mg/L ke dalam sampel sebelum dimasukkan ke dalam tungku pengabuan. *Spiked* diupkan di atas *hot plate* di atas suhu 100°C sampai kering. Sampel dan *spiked* dimasukkan ke dalam tungku pengabuan dan separuh permukaannya ditutup. Suhu tungku pengabuan dinaikkan secara bertahap 100°C setiap 30 menit sampai mencapai suhu 450°C dan

dipertahankan selama 18 jam. Sampel dan *spiked* dikeluarkan dari tungku pengabuan kemudian didinginkan pada suhu kamar. Setelah dingin ditambahkan 1 mL HNO₃ 65%, lalu digoyangkan hingga semua abu terlarut dalam asam dan selanjutnya diuapkan di atas *hot plate* pada suhu 100°C hingga kering. Setelah kering sampel dan *spiked* dimasukkan kembali ke dalam tungku pengabuan, suhu dinaikkan secara bertahap 100°C setiap 30 menit sampai mencapai suhu 450°C dan dipertahankan selama 3 jam. Setelah abu terbentuk sempurna berwarna putih, kemudian sampel dan *spiked* didinginkan pada suhu ruang. Selanjutnya ditambahkan 5 mL HCL 6 M ke dalam masing-masing sampel dan *spiked*, lalu digoyangkan secara hati-hati sampai semua abu terlarut dalam asam kemudian diuapkan di atas *hot plate* dengan suhu 100°C hingga kering. Selanjutnya ditambahkan 10 mL HNO₃ 0,1 M lalu didinginkan pada suhu ruang selama 1 jam, larutan dipindahkan ke dalam labu takar *polypropylene* dan ditambahkan larutan matrik modifier yang ditepatkan sampai tanda batas dengan menggunakan HNO₃ 0,1 M.

Deskripsi basah menggunakan *microwave*

Sampel ditimbang sebanyak 2 g ke dalam tabung sampel (*vessel*), kemudian ditambahkan 0,2 mL larutan standar Pb atau 200 µ/L sebanyak 1 mL ke dalam sampel kemudian di-*vortex*. Selanjutnya ditambahkan HNO₃ 65% dan 2 mL H₂O₂ 5 – 10 mL secara berurutan. Kemudian dilakukan destruksi pada *microwave*. Hasil destruksi dipindahkan ke labu takar 50 mL dan ditambahkan larutan matrik modifier, diatur tepat sampai tanda batas dengan air deionisasi.

Pembacaan kurva kalibrasi dan sampel pada AAS

Larutan standar kerja Pb disiapkan minimal lima titik konsentrasi kemudian dilakukan pembacaan larutan standar kerja sampel dan *spiked* pada alat spektrofotometer serapan atom *graphite furnace* pada panjang gelombang 283,3 nm.

Perhitungan

$$\text{Konsentrasi Pb } \mu\text{g/g} = \frac{(D - E) \times F_v \times V}{W}$$

Keterangan: D adalah kadar contoh µg/L dari hasil pembacaan AAS, E adalah kadar blanko contoh µg/L dari hasil pembacaan AAS, W adalah berat contoh (g), V adalah volume akhir larutan contoh yang disiapkan (mL), dan F_p adalah faktor pengenceran.

Catatan: µg/g setara dengan mg/kg

Analisis logam berat arsen (As)

Analisis logam berat As didasarkan pada SNI 01-4866-1998. Penentuan cemaran arsen dilakukan dengan cara menimbang 10 g sampel kulit ikan barakuda lalu ditambah 2,5 g $Mg(NO_3)_2$ dan 25 mL HNO_3 p.a dan diaduk dengan sempurna. Selanjutnya campuran diuapkan di atas penangas air sampai kering. Setelah itu sampel diarangkan dengan tanur $500^\circ C$ selama 2 jam. Kemudian ditambahkan HNO_3 p.a beberapa tetes lalu diuapkan dan diabukan kembali selama 1 jam dengan suhu $500^\circ C$. Abu yang diperoleh dilarutkan dengan HCl 1 : 3, diatur tepat tanda batas hingga 50 mL dengan air. Selanjutnya dipipet 25 mL larutan yang telah dibuat dan ditambahkan 2 mL HCl 8 M dan 0,1 mL KI 20% lalu didiamkan selama lebih 2 menit. Kemudian dibuat deret standard dan blanko sesuai ketentuan. Selanjutnya larutan sampel, deret standar dan blanko diukur dengan absorbansi serapan atom. Penyerapan absorbansi logam berat As dilakukan dengan spektrofotometer penyerapan atom tanpa nyala dengan lampu katode As dengan panjang gelombang 193,7 nm.

Rendemen (AOAC, 1995)

Rendemen kolagen diperoleh dari perbandingan berat kering kolagen yang dihasilkan dengan berat bahan kulit (yang telah dibersihkan dari sisa daging dan lapisan lemak). Rendemen dapat diperoleh dengan rumus:

$$\text{Rendemen kolagen} = \frac{\text{Berat kering kolagen}}{\text{Berat bahan baku kulit ikan}} \times 100\%$$

Analisis pH (AOAC, 2005)

Sampel sebanyak 1 g dilarutkan dalam 20 mL akuades, ditambahkan 50 mL akuades dan dihomogenkan. Suhu sampel diukur untuk digunakan sebagai suhu pH meter yang digunakan, pH-meter dinyalakan dan dibiarkan hingga stabil. Elektroda dicelupkan ke dalam sampel beberapa saat sampai diperoleh nilai pH yang stabil.

Analisis asam amino (AOAC, 1995)

Komposisi asam amino ditentukan dengan *high performance liquid chromatography* (HPLC). Perangkat HPLC dibilas dahulu dengan eluen yang akan digunakan selama 2-3 jam. *Syringe* yang digunakan juga harus dibilas dengan akuades. Analisis asam amino menggunakan HPLC terdiri atas empat tahap, yaitu: (1) tahap pembuatan hidrolisat protein; (2) tahap pengeringan; (3)

tahap derivatisasi; dan (4) tahap injeksi serta analisis asam amino. Khusus untuk pengujian asam amino bebas, tidak dilakukan proses hidrolisis dengan asam dan pemanasan.

1. Tahap pembuatan hidrolisat protein

Sampel ditimbang sebanyak 0,2 g dan dihancurkan. Sampel yang telah hancur ditambahkan dengan HCl 6 N sebanyak 5 - 10 mL, kemudian dipanaskan dalam oven pada suhu 100°C selama 24 jam. Proses pemanasan dilakukan untuk menghilangkan gas atau udara yang ada pada sampel agar tidak mengganggu kromatogram yang dihasilkan dan untuk mempercepat reaksi hidrolisis. Hidrolisat protein yang diperoleh disaring dengan milipore berukuran 45 mikron.

2 Tahap pengeringan

Hidrolisat protein ditambah dengan 30 µL larutan pengering. Larutan pengering dibuat dari campuran antara metanol, natrium asetat, dan trietilamin dengan perbandingan 2:2:1. Proses pengeringan dibantu menggunakan gas nitrogen untuk mempercepat pengeringan dan mencegah oksidasi.

3 Tahap derivatisasi

Sebanyak 30 µL larutan derivatisasi ditambahkan pada hasil pengeringan. Larutan derivatisasi dibuat dari campuran antara larutan metanol, pikoiotisianat dan trietilamin dengan perbandingan 3:3:4. Proses derivatisasi dilakukan agar detektor mudah untuk mendeteksi senyawa yang ada pada sampel. Kemudian dilakukan pengenceran dengan cara menambahkan 10 mL asetonitril 60% atau buffer fosfat 0,1 M lalu dibiarkan selama 20 menit. Hasil pengenceran disaring kembali menggunakan milipor berukuran 0,45 mikron.

4 Injeksi ke HPLC

Hasil saringan diambil sebanyak 20 µL untuk diinjeksikan ke dalam HPLC. Penghitungan konsentrasi asam amino dilakukan dengan cara membandingkan kromatogram sampel dengan standar. Pembuatan kromatogram standar menggunakan asam amino yang mengalami perlakuan yang sama dengan sampel. Kondisi alat HPLC saat berlangsungnya analisis asam amino adalah temperatur kolom: 38 °C; jenis kolom: pico tag 3.9 x 150 nm column; kecepatan alir eluen: 1 mL/menit; program: gradient; tekanan: 3000 psi; fase gerak: asetonitril 60 % dan Natrium Asetat 1 M 40 %; dan detektor: UV/254 nm merk: waters. Kandungan masing-masing asam amino pada bahan dapat dihitung dengan rumus:

$$\text{Konsentrasi asam amino} = \frac{\text{Luas area contoh}}{\text{Luas area standar}} \times \frac{C \times \text{FP} \times \text{BM} \times 100}{\text{Bobot contoh (g)}}$$

Keterangan: C = konsentrasi standar asam amino, FP = faktor pengenceran, BM = bobot molekul dari masing-masing asam amino.

Analisis gugus fungsi dengan FTIR (Munyonga et al., 2004b)

Analisis FTIR digunakan untuk mengetahui gugus-gugus fungsi khas dari kolagen yang dihasilkan. Sampel uji terlebih dahulu dibentuk pelet dengan campuran KBr. Sebanyak 100 mg KBr dan 2 mg sampel uji dicampurkan, kemudian ditumbuk sampai halus dan tercampur rata dalam *mortar agate*. Campuran tersebut dicetak dalam cetakan pelet. Kadar air yang terkandung dalam campuran diminimalkan dengan meletakkan cetakan pelet pada pompa hidrolik yang diberi tekanan sampai tanda 80. Tekanan dalam cetakan diturunkan dengan membuka kran udara. Pelet yang dihasilkan dilepaskan dari cetakan, kemudian diletakkan pada *tablet holde* untuk dilakukan pengukuran dengan alat FTIR. Pengukuran sampel uji dilakukan pada bilangan gelombang antara 4000 – 5000 cm^{-1} . Spektra FTIR yang dihasilkan menunjukkan puncak-puncak serapan bilangan gelombang dari sampel uji. Gugus-gugus fungsi sampel uji ditentukan berdasarkan puncak serapan bilangan gelombang yang terdeteksi dengan wilayah serapan untuk gugus fungsi protein (Coates, 2000; Kong & Yu, 2007).

Formulasi basis masker *peel off*

Formula standar masker *peel off* (Rieger, 2000) meliputi polivinil alkohol 5 - 10%, humektan 2 - 10% , surfaktan 2 - 5%, alkohol 10 - 30%, pH buffer pH 4 - 7, pengawet quantum statis (q.s) atau resep obat, parfum q.s, pewarna q.s dan air suling *added 100*.

DAFTAR PUSTAKA

- AOAC. 1995. Official Methods of Analysis. The Association of Official Analytical Chemist. Inc. Washington, DC.
- AOAC. 2005. Official Methods of Analysis. Association of Official Analytical Chemist Inc. Mayland. USA.
- Coates, J. 2000. Interpretation of infrared spectra, a practical approach. In Meyers RA, editor. Encyclopedia of Analytical Chemistry. Chichester: John Wiley & Sons Ltd.
- Departemen Kesehatan RI. 1995. Farmakope Indonesia, Edisi IV. Jakarta.
- Kong, J. & S. Yu. 2007. Fourier transform infrared spectroscopic analysis of protein secondary structures. Acta. Bioch. Bioph. Sin., 39(8): 549-559.
- Muyonga, J. H., C .G. B. Cole, & K. G. Duodu. 2004b. Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopic study of acid soluble collagen and gelatin from skins and bones of young and adult Nile perch (*Lates niloticus*). Food Chemistry, 86: 325-332.
- Ningrum. 2018. Pembuatan dan evaluasi fisik sediaan masker gel *peel off* ekstrak etanol (*Camellia sinensis* L.). Jurnal Farmasi Sains dan Praktis, 4(2): 57-61.
- Rieger. M. 2000. Harry's Cosmeticology. Edisi VIII. New York: Chemical Publishing Co.Inc. Halaman 471- 483.
- SNI. 2006. Cara uji kimia. Bagian 6: Penentuan kadar logam berat merkuri (Hg) pada produk perikanan. Standar Nasional Indonesia 01-2354.6.2006. Badan Standarisasi Nasional, Jakarta.
- SNI. 2006. Cara uji kimia. Bagian 7: Penentuan kadar logam berat timbal (Pb) pada produk perikanan. Standar Nasional Indonesia 01-2354.7.2006. Badan Standarisasi Nasional, Jakarta.
- SNI. 1998. Cara uji cemaran arsen dalam makanan. Standar Nasional Indonesia 01-4866.1998. Badan Standarisasi Nasional, Jakarta.
- SNI. 2014. Kolagen kasar dari sisik ikan–Syarat mutu dan pengolahan. Standar Indonesia 8076:2014. Badan Standarisasi Nasional, Jakarta.

III. KARAKTERISASI KOMPOSISI KIMIA KULIT IKAN BARAKUDA (*Sphyaena jello*) SEBAGAI BAHAN BAKU KOLAGEN

ABSTRAK

Ikan barakuda (*S. jello*) adalah ikan pelagis yang dimanfaatkan dalam bentuk segar, beku, kering asin dan filet. Pemanfaatan ikan barakuda saat ini banyak dalam bentuk filet yang digunakan oleh para pengusaha industri rumah tangga sebagai bahan baku untuk produk diversifikasi olahan hasil perikanan. Usaha pengolahan ini berdampak meningkatkan jumlah limbah jika tidak dikelola secara optimal. Limbah kulit ikan barakuda adalah bahan baku yang potensial untuk digunakan sebagai sumber kolagen yang dapat diterima oleh penganut agama dan masyarakat pada umumnya. Pemanfaatan kulit ikan sebagai bahan baku kolagen dapat mengurangi jumlah limbah pengolahan ikan dan memberikan nilai tambah pada limbah tersebut. Kulit ikan barakuda yang digunakan sebagai bahan baku dalam pembuatan kolagen terlebih dahulu dikarakterisasi dengan analisis komposisi kimia kulit yang meliputi kadar air, abu, protein, lemak, dan logam berat (Hg, Pb dan As). Penelitian ini bertujuan untuk mengevaluasi karakteristik kimia kulit ikan barakuda sebagai bahan baku kolagen. Hasil analisis proksimat kulit ikan barakuda (*S. jello*) menunjukkan kadar air sebesar 67,39%, kadar abu 2,53%, kadar protein 21,69%, kadar lemak 8,38%, Hg dan Pb tidak terdeteksi alat dan As 0,0448 mg/kg. Kulit ikan barakuda masih segar dilihat dari nilai kadar air yang masih berada dalam kisaran kadar air kulit ikan pada umumnya. Kadar lemak kulit barakuda cukup tinggi sehingga perlu dilakukan *pretreatment* untuk menghilangkan lemak dan mineral-mineral sehingga meningkatkan kualitas kolagen yang dihasilkan. Hasil analisis komposisi kimiawi menunjukkan kulit ikan barakuda memenuhi persyaratan sehingga layak dan aman digunakan sebagai bahan baku kolagen.

Kata kunci: Ikan barakuda, proksimat, logam berat, kulit, kolagen

III. CHARACTERIZATION OF CHEMICAL COMPOSITION OF BARRACUDA (*Sphyaena jello*) FISH SKIN AS COLLAGEN RAW MATERIAL

ABSTRACT

Barracuda fish (*S. jello*) is a pelagic fish that is used in fresh, frozen, salt-dried and fillet forms. Currently, the use of barracuda fish is mostly in the form of fillets which are used by home industry entrepreneurs as raw materials for diversified processed fishery products. This processing business has the impact of increasing the amount of waste if it is not managed optimally. Barracuda fish skin waste is a potential raw material to be used as a source of collagen that can be accepted by religious adherents and society in general. Utilization of fish skin as raw material for collagen can reduce the amount of fish processing waste and provide added value to the waste. Barracuda fish skin that used as raw material in the manufacture of collagen is first characterized by an analysis of the chemical composition of the skin which includes moisture, ash, protein, fat, and heavy metals (Hg, Pb and As) content. This study aimed to evaluate the chemical characteristics of barracuda fish skin as a raw material for collagen. The results of the proximate analysis of the skin of barracuda fish (*S. jello*) showed that the water content was 67.39%, ash content was 2.53%, protein content was 21.69%, fat content was 8.38%, Hg and Pb was not detected by the instrument and As

0.0448 mg/kg. Barracuda fish skin was still fresh as indicated by the water content which remained in the range of the water content fresh fish skin. The fat content was high so that it was necessary to remove fat and minerals to improve the quality of the collagen produced. The chemical composition analysis showed that the skin of barracuda meets the requirements and is feasible and safe to be used as raw material for collagen.

Keywords: Barracuda fish, proximate, heavy metal, skin, collagen

A. Pendahuluan

Kolagen adalah protein yang berlimpah dalam tubuh makhluk hidup dan jumlahnya sekitar 30% dari total protein keseluruhan (Zhang et al., 2009). Lee et al. (2001) menyatakan bahwa kolagen memiliki karakteristik khusus, yaitu bersifat *biodegradable* sehingga dapat menjadi biomaterial yang penting dalam aplikasi medis. Kolagen juga memiliki peran penting dalam pembentukan jaringan dan organ, serta aktifitas dalam berbagai ekspresi fungsional sel. Kittiphattanabawon et al. (2005) menyatakan bahwa selain untuk aplikasi medis, kolagen dimanfaatkan dalam aplikasi lainnya, antara lain untuk industri kosmetik, makanan, farmasi, dan film. Menurut Chai et al. (2010), kolagen memegang peranan penting dalam industri makanan, kosmetik, biomedis, dan farmasi.

Produksi kolagen sebagian besar menggunakan bahan baku dari kulit dan tulang sapi maupun babi. Kolagen dari bahan baku tersebut tidak sesuai dengan keyakinan agama tertentu misalnya Islam, Yahudi, dan Hindu (Choi et al., 2013). Kolagen dari kulit dan tulang sapi maupun babi juga dapat menimbulkan beberapa resiko penyakit yaitu *bovine spongiform encephalopathy* (BSE), *transmissible spongiform encephalopathy* (TSE), *foot-and-mouth disease* (FMD), dan flu babi (Jongjareonrak et al., 2005). Kolagen dari sumber alternatif lain dibutuhkan dalam mengatasi permasalahan tersebut. Kittiphattanabawon et al. (2010) menyatakan bahwa alternatif kolagen dapat bersumber dari ikan terutama dari bagian kulit dan tulang, dimana bagian ini banyak menjadi limbah hasil pengolahan ikan. Nalinanon et al. (2007) menyatakan bahwa kulit dan tulang ikan adalah bahan baku yang potensial untuk digunakan sebagai sumber kolagen.

Salah satu bahan kulit ikan yang berpotensi digunakan sebagai sumber kolagen adalah kulit ikan barakuda. Ikan barakuda dimanfaatkan dalam bentuk segar, beku, kering asin, dan filet. Pemanfaatan ikan barakuda saat ini banyak dalam bentuk filet yang digunakan oleh para pengusaha industri rumah tangga

sebagai bahan baku untuk olahan bakso, nugget, siomay, otak-otak, pempek, dan olahan lainnya. Perkembangan industri pengolahan filet ikan ini berdampak positif yaitu sebagai sumber devisa negara dan penyedia lapangan kerja. Namun, industri filet ini juga memiliki dampak negatif yaitu limbah hasil produksi berupa kepala, tulang, isi perut, sisik, dan kulit.

Kulit ikan adalah salah satu limbah pengolahan produk diversifikasi olahan hasil perikanan yang belum dimanfaatkan dan hanya dibuang saja. Kulit ikan barakuda sangat potensial digunakan sebagai bahan baku kolagen. Pemanfaatan limbah kulit ikan barakuda sebagai sumber kolagen dapat memberikan nilai tambah untuk komersialisasi hasil perikanan dan mengurangi limbah yang mencemari lingkungan serta dapat menjadi alternatif kolagen. Proporsi kulit ikan barakuda sebesar 0,025% dari berat total ikan. Jumlah kulit yang dihasilkan dari filet cukup rendah, namun kulit ikan berpotensi untuk dikembangkan menjadi kolagen karena kandungan proteinnya yang tinggi.

Kulit ikan barakuda sebagai bahan baku kolagen terlebih dahulu diteliti komposisi kimianya untuk melihat kelayakannya sebagai bahan baku kolagen. Bahan baku yang dapat dijadikan sumber produksi kolagen memiliki kandungan protein yang tinggi dengan kondisi ikan yang segar.

B. Deskripsi Ikan Barakuda (*Sphyaena jello*)

Ikan barakuda atau alu alu (*S. jello*) termasuk dalam kelas Actinopterygii dan berukuran besar, panjangnya dapat mencapai 160 cm, namun ikan yang siap ditangkap umumnya pada ukuran 40 cm (Wiadnya, 2012). Ikan barakuda dapat ditemukan di perairan tropis dan sub-tropis di seluruh dunia. Ikan barakuda adalah jenis ikan pelagis. Saat masih muda berada di daerah bakau, terumbu karang dan daerah lamun, setelah dewasa tersebar luas dari daerah pantai sampai perairan laut lepas. Ikan barakuda dewasa bersifat soliter, sementara ikan barakuda muda sering membentuk gerombolan kecil. Barakuda termasuk ikan karnivora, jenis makanannya yaitu ikan-ikan kecil, cumi-cumi dan udang, hidup pada kedalaman 20 - 200 m (Suryanto, 2013). Ikan barakuda adalah jenis ikan berhabitat laut, payau yang berasosiasi dengan karang, oseanodromus. Lanjut menurut Senou (2001), ikan barakuda hidup di teluk dan terumbu karang.

Ikan barakuda (Gambar 2) memiliki nama lokal yaitu asa-asa atau dolok-dolok (Sulawesi Selatan), tangkulo (Aceh), kanaya (Arab), rompen (Banton,

Filiphina), *indish barracuda* (Danish, Denmark), *banded barracuda* (Inggrish), *barracuda* (Hongkong), *dingo-fish* (Australia), *pichandle barracuda* (USA), *becune* (Francis), *silava* (Srilangka) dan *sakdam* (Thailand). Klasifikasi ikan barakuda (Cuvier, 1829) dalam Bailly (2014) adalah sebagai berikut: Kingdom Animalia, Filum Chordata, Sub filum Vertebrata, Kelas Actinopterygii, Ordo Perciformes, Subordo Scombroidei, Famili Sphyraenidae, Genus *Sphyraena*, dan Spesies *Sphyraena jello*.



Gambar 2. Ikan barakuda (*Sphyraena jello*)

Ciri-ciri morfologi ikan barakuda (*S. jello*) memiliki tubuh yang memanjang seperti cerutu (ramping), adanya sisik yang halus, mulut yang panjang, gigi taring yang kuat. Insangnya hampir berbentuk bulatan serta rahang atas lebih pendek dari rahang bawah. Sirip ekor berbentuk *emarginate* dan kedua ujung sirip ekor berwarna kekuningan. Jari-jari sirip punggung keras berjumlah 5 duri, jari-jari sirip punggung lunak 10 duri dan terdapat sekitar 75–90 sisik sepanjang garis lateral. Kepala di antara kedua mata datar atau sedikit cekung. Ikan barakuda ini memiliki ciri khas tubuh bergaris-garis gelap melintasi garis rusuk. Garis-garis ini miring di bagian atas dan hampir vertikal pada bagian bawah. Sirip ekornya berwarna kekuningan. Famili Sphyraenida hanya mempunyai 1 genus dan 25 spesies. Jenis yang tertangkap di Indonesia diduga terdiri atas tujuh spesies, yaitu: *S. barracuda*, *S. forsteri*, *S. helleri*, *S. jello*, *S. obtusata*, *S. putnamae* dan *S. qenie* (Wiadnya & Setyohadi, 2012).

C. Bahan dan Metode Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kulit ikan barakuda (*Sphyraena jello*). Ikan barakuda segar diperoleh dari Tempat Pelelangan Ikan (TPI) Maccini Baji, Kelurahan Pundata Baji, Kecamatan Labakkang, Kabupaten Pangkep. Bahan kimia untuk analisis karakterisasi kulit ikan berupa H_2SO_4 ,

H₃BO₃, NaOH 30%, HCl 0,02 N, chloroform, metanol, akuades, isopronanol, Na₂SO₄, minyak nabati, garam NaCl, sodium sulfat dan bahan kimia penunjang lain. Bahan kimia yang digunakan untuk analisis logam berat adalah akuades, Hg *standard solution*, Pb *standard solution*, *Arsenic standard solution*, larutan matrik modifier, buah batu didih, V₂O₅, HNO₃, H₂SO₄, H₂O₂, H₂SO₄, HCL, KI, dan air deionisasi.

Peralatan yang digunakan antara lain alat untuk proses preparasi dan alat untuk analisis uji sampel. Alat proses antara lain pisau dan peralatan penunjang lain untuk preparasi kulit, *waterbath* merek Memmert WNB Ring, *freezer* merek Sharp FRW-210 *productnation*, *grinder* merek Matrix-Noodle Machine, timbangan analitik merek Toledo, plastik kemasan *low density polyethylene* (LDPE) dan botol kemasan jenis *polyethylene therephthalate* (PET). Peralatan untuk analisis proksimat antara lain oven *memmert* merek Yamato DV 41, *kjeldahl destilation unit* merek Dosa, *digestion unit* merek DK 8, *heating mantle* merek Gopal, gelas merek Iwaki/Pyrex, kondensor merek Mitsubishi, *crushible* merek Porcelain, desikator merek *Normax Glass Ware*, buret merek Pyrex, buret statif, neraca analitik matller merek Toledo dan tungku pengabuan merek Furnace. Peralatan untuk analisis logam berat adalah *blender* merek Sharp, aluminium foil, desikator merek Normax Glass Ware, oven *memmert* merek Yamato DV 41, corong, refrigerator atau *freezer* Sharp, gelas beaker merek Iwaki/Pyrex, *hot plate* merek Thermo Scientific Cimarec, kertas saring, kurs porselen merek Porcelain, labu digesti, labu ukur 100 ml, dan 250 ml pipet volume merek Iwaki/Pyrex, *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS) AA-7000 merek Shimadzu, tanur merek Neytech JF2000, *furnace* merek Thermo Scientific F6010, timbangan analitik merek Sartorius Entris dan wadah *polystyrene*.

1. Preparasi kulit ikan barakuda

Ikan barakuda yang digunakan dalam penelitian ini diperoleh dari Tempat Pelelangan Ikan (TPI) Maccini Baji, Kelurahan Pundata Baji, Kecamatan Labakkang, Kabupaten Pangkep. Ukuran berat ikan yang digunakan dengan bobot rata-rata 200 – 300 g/ekor. Ikan yang disiangi disimpan dalam ember berisi air dan pecahan es balok. Ikan yang digunakan berjumlah sekitar 3 kg (dibagi menjadi tiga kelompok dengan bobot yang sama sebagai ulangan). Ikan barakuda segar dibersihkan dengan mengeluarkan sisik, kepala, sirip dan viseranya. Ikan difilet lalu kulitnya dipisahkan. Kulit ikan barakuda dibersihkan dan dipisahkan dari sisa daging yang masih menempel pada kulit. Sampel kulit

ikan barakuda tersebut dipotong-potong, dikemas dengan plastik polietilen tertutup kemudian disimpan dalam *freezer* lemari pendingin sampai sampel tersebut digunakan. Penyimpanan dalam *freezer* ini ditujukan untuk menjaga kualitas dan kesegaran sampel kulit ikan.

2. Karakterisasi komposisi kimia kulit ikan barakuda

Kulit ikan barakuda dikarakterisasi dengan melakukan analisis komposisi kimia (AOAC, 2005) yang meliputi kadar air, protein, lemak dan abu, sedangkan analisis kadar logam berat (Hg, Pb, dan As) menggunakan *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS). Analisis kadar logam berat didasarkan pada SNI 01-2354.6-2006 untuk Hg, SNI 01-2354.7-2006 untuk Pb dan SNI 01-4866-1998 untuk As.

D. Analisis Data

Kadar air, protein, lemak, abu, Hg, Pb dan As dianalisis secara deskriptif. Data penelitian diinterpretasikan dan dinarasikan.

E. Hasil dan Pembahasan

1. Komposisi kimia kulit ikan barakuda

Komposisi kimia adalah salah satu indikasi kualitas suatu bahan. Komposisi kimia adalah salah satu karakteristik bahan baku dan merupakan sifat penting yang menentukan potensi bahan tersebut. Analisis komposisi kimia kulit ikan barakuda pada penelitian ini, meliputi kadar air, abu, lemak, protein dan logam berat (Hg, Pb dan As). Analisis komposisi kimia kulit dapat berperan sebagai penilaian kelayakan awal dari kulit ikan barakuda sebagai bahan baku dalam pembuatan kolagen. Hasil analisis komposisi kimia proksimat kulit ikan barakuda dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Komposisi kimia kulit ikan barakuda (*Sphyaena jello*)

Komposisi kimia kulit	
Parameter uji (%)	Kandungan (% bb)
Air	67,39
Protein	21,69
Lemak	8,38
Abu	2,53

Kadar air yang terkandung dalam kulit ikan barakuda sebesar 67,39%. Nilai kadar air ini menunjukkan bahwa kulit ikan barakuda masih dalam kisaran kadar air kulit ikan umumnya dan mendekati kadar air kulit ikan segar. Kulit ikan

segar mengandung kadar air 69,6% (Setiawati, 2009). Kadar air yang terdapat pada kulit ikan dipengaruhi oleh beberapa faktor. Bechtel (2003) menyatakan bahwa komposisi kimia yang terkandung pada ikan termasuk kadar air sangat dipengaruhi oleh faktor umur, jenis kelamin, habitat ikan, dan preparasi kulit.

Kandungan protein kulit ikan barakuda yang dihasilkan adalah sebesar 21,69%. Kandungan protein kulit ikan barakuda lebih tinggi dibandingkan dengan protein kulit ikan ekor kuning (17,87%) (Astiana, 2016) dan kulit ikan parang-parang (*Chirocentrus dorab*) sebesar 11,79%; namun lebih rendah dibandingkan protein kulit ikan tongkol (*Euthynnus affinis*) (24,63%) (Rachmawati, 2016). Faktor yang memengaruhi jumlah kandungan protein pada ikan dapat disebabkan oleh perbedaan spesies, umur, habitat, jenis pakan dan preparasi bahan (Songchotikunpan et al., 2008). Jamilah et al. (2013) menyatakan perbedaan kadar protein dapat disebabkan oleh perbedaan metode ekstraksi yang digunakan dan perbedaan spesies ikan yang digunakan. Kandungan protein kulit ikan barakuda yang tinggi ini memungkinkan untuk digunakan sebagai bahan baku kolagen. Ikan digolongkan ikan dengan protein tinggi apabila memiliki kadar protein ≥ 20 % (Winarno, 2008). Muyonga et al. (2004a) menjelaskan bahwa protein kasar kulit dapat menggambarkan kemungkinan maksimum komponen kolagen yang dapat diekstrak. Kołodziejska et al. (2008) mengatakan bahwa sekitar 80% dari total protein pada kulit ikan merupakan kolagen. Kadar protein pada kulit ikan mencerminkan jumlah kolagen yang terkandung di dalam jaringan kulit tersebut.

Hasil pengujian menunjukkan bahwa kulit ikan barakuda memiliki kadar lemak sebesar 8,38%. Kadar lemak kulit ikan barakuda cukup tinggi dibandingkan kadar lemak pada kulit ikan parang-parang (*Chirocentrus dorab*) sebesar 8,22%; dan jauh lebih tinggi dibandingkan lemak kulit ikan tongkol (*E. affinis*) (2,72%) (Rachmawati, 2016). Adanya variasi tersebut dapat disebabkan oleh perbedaan seperti jenis kelamin, musim dan kondisi lingkungan ikan tersebut (Boran & Karaçam, 2011). Shim et al. (2017) menyatakan bahwa proses biologis dalam tubuh ikan pada dasarnya memerlukan nutrisi, salah satunya adalah lemak. Ackman, 1989, kadar lemak dikategorikan sedang bila nilainya 4-8%. Kandungan yang cukup tinggi ini menyebabkan optimasi proses pretreatment perlu dilakukan, di antaranya dengan perendaman dengan alkali dapat menghilangkan lemak pada bahan. Kandungan lemak pada kulit ikan barakuda yang cukup tinggi ini mengindikasikan perlunya proses *pretreatment*

kulit yang optimal untuk menghilangkan lemak pada kulit ikan agar dapat meningkatkan kualitas kolagen yang dihasilkan. Shon et al. (2011) menyatakan bahwa keberadaan lemak dan mineral-mineral lainnya akan mengganggu efektivitas kolagen dalam aplikasinya pada berbagai produk.

Kadar abu kulit ikan barakuda cukup tinggi (2,53%) dibandingkan dengan kadar abu kulit ikan parang-parang (*C. dorab*) sebesar 1,23 dan kulit ikan tongkol sebesar 0,17%. Kadar abu kulit ikan dipengaruhi oleh ketersediaan mineral pada habitat ikan. Kadar abu adalah representasi dari kandungan mineral tubuh yang terakumulasi di dalam tubuh ikan. Muralidharan et al. (2013) menyatakan bahwa tingginya kandungan abu pada kulit terkait dengan komposisi biokimia dan tingkat ketebalan kulit ikan. Kadar abu kulit ikan barakuda yang tinggi mengindikasikan perlunya optimasi proses *pretreatment* kulit yang optimal untuk menghilangkan mineral-mineral dalam kulit ikan untuk meningkatkan kualitas kolagen yang dihasilkan. Shon et al. (2011) menyatakan bahwa keberadaan mineral-mineral akan mengganggu efektivitas kolagen dalam penggunaannya pada produk, salah satunya adalah produk kosmetik.

Perbedaan komposisi kimia kulit ikan dipengaruhi oleh perbedaan spesies, umur, jenis pakan, habitat, dan proses preparasi bahan. Menurut Bechtel (2003), komposisi kimia yang terkandung pada ikan sangat dipengaruhi oleh faktor umur, jenis kelamin, habitat ikan, dan preparasi kulit.

2. Kandungan logam berat kulit ikan barakuda

Analisis logam berat kulit ikan barakuda dilakukan agar produk kolagen yang dihasilkan terjamin keamanannya dari cemaran logam. Adanya logam berat, misalnya merkuri (Hg), timbel (Pb), dan arsen (As), dalam bahan pangan dan kosmetik dapat membahayakan kesehatan jika jumlahnya melebihi ambang batas yang ditentukan. Berdasarkan hasil uji, kandungan logam berat Pb, Hg, dan As pada kulit ikan barakuda (Tabel 2) masih berada di bawah nilai ambang batas kandungan logam berat kolagen kasar dari sisik ikan ikan yang ditetapkan oleh SNI 8076:2014 yaitu 0.4 mg/kg (Pb); 0.5 mg/kg (Hg); dan 1,0 mg/kg (As).

Tabel 2. Kandungan logam berat kulit ikan barakuda (*Sphyaena jello*)

Logam berat (mg/kg)	Kulit ikan barakuda	Syarat SNI 8076:2014
Merkuri (Hg)	Tidak terdeteksi (< 0,002 mg/kg)	0,5 mg/kg
Timbel (Pb)	Tidak terdeteksi (< 0,005 mg/kg)	0,4 mg/kg
Arsen(As)	0,0448 mg/kg	1,0 mg/kg

Logam berat kulit ikan barakuda berada di bawah nilai ambang batas kandungan logam berat yang ditetapkan pada SNI 8076:2014. Hal ini menunjukkan bahwa kulit ikan barakuda aman untuk digunakan sebagai sumber bahan baku kolagen. Kandungan logam berat kulit ikan barakuda juga memenuhi persyaratan kandungan logam berat untuk *cosmetic grade* yaitu $Pb < 0,5$ mg/kg, $Hg < 0,1$ mg/kg dan $As < 0,3$ mg/kg (Zhengzhou Sigma Chemical Co., Ltd.).

F. Kesimpulan

Kulit ikan barakuda memenuhi persyaratan sehingga layak dan aman digunakan sebagai bahan baku kolagen.

DAFTAR PUSTAKA

- Ackman, R. G. 1989. Characteristics of the fatty acid composition and biochemistry of some fresh-water fish oils and lipids in comparison with marine oils and lipids. *Comparative Biochemistry and Physiology*, 22(3): 907-922.
- Astiana, I. 2016. Efektivitas Asam dan Enzim Papain dalam Menghasilkan Kolagen dari Kulit Ikan Ekor Kuning ((*Caesio cuning*) [tesis]. Sekolah Pascasarjana Institut Pertanian Bogor.
- Bailly. N. 2014. *Sphyræna jello* (Cuvier, 1829). <http://www.marinespecies.org/afremas/taxdetails?id=212045>. Diakses pada tanggal 18 Maret 2019.
- Bechtel, P. J. 2003. Properties of different fish processing by product from pollock, cod, and salmon. *J. Food Process. Pres.*, 27: 101-116.
- Boran, G. & H. Karaçam. 2011. Seasonal changes in the proximate composition of some fish species from the Black Sea. *Turkish Journal of Fisheries and Aquatic Sciences*, 11: 01-05.
- Chai, H. J., J. H. Li, H. N. Huang, T. L. Li, Y. L. Chan, C. Y. Shiau, & C. J. Wu. 2010. Effects of sizes and conformations of fish-scale collagen peptides on facial skin qualities and transdermal penetration efficiency. *J. Biomed. Biotechnol.*, 2010: 1-9.
- Choi, J. H., S. H. Behnam, & S. M. Kim. 2013. Physico-biochemical characteristics of scallop mantle collagen soluble in pepsin. *Journal Agricultural Science and Technology* 15: 293-302.
- Jongjareonrak, A., S. Benjakul, W. Visessanguan, T. Nagai, & M. Tanaka. 2005. Isolation and characterisation of acid and pepsin-solubilised collagens from the skin of Brownstripe red snapper (*Lutjanus vitta*). *Food Chemistry*, 93: 475-484.
- Kantor Berita Religius Nasional. 2018. Mengandung kolagen, sisik ikan bandeng dijadikan masker wajah. <https://Duta.co>. Diakses pada tanggal 5 April 2020.
- Karim, A. A. & R. Bhat. 2009. Fish gelatin: properties, challenges, and prospects as an alternative to mammalian gelatins. *Food Hydrocolloid*, 23: 563-576.
- Karmilah & N. Rusli. 2018. Formulasi dan uji efektifitas masker *peel off* pari jagung (*Zea mays sacchrata*) sebagai perawatan kulit wajah. *Jurnal Ilmiah Manuntung*, 4(1): 59-66.
- Kim, S. K. & E. Mendis. 2006. Bioactive compounds from marine processing by products- A review. *Food Research International*, 39: 383-393.
- Kittiphattanabawon, P., S. Benjakul, W. Visessanguan, T. Nagai, & M. Tanaka. 2005. Characterisation of acid-soluble collagen from skin and bone of bigeye snapper (*Priacanthus tayenus*). *Food Chemistry*, 89:363–372.
- Kittiphattanabawon, P., S. Benjakul, W. Visessanguan, & F. Shahidi. 2010b. Isolation and characterization of collagen from the cartilages of

- brownbanded bamboo shark (*Chiloscyllium punctatum*) and blacktip shark (*Carcharhinus limbatus*). *Food Science and Technology*, 43: 792–800.
- Kolodziejska, I., E. Skierka, M. Sadowska, W. Kolodziejski, & C. Niecikowska. 2008. Effect of extracting time and temperature on yield of gelatin from different fish offal. *Food Chemistry*, 107: 700-706.
- Muralidharan, N., R. Jeya Shakila, D. Sukumar, & G. Jeyasekaran. 2013. Skin, bone, and muscle collagen extraction from the trash fish, leather jacket (*Odonus niger*) and their characterization. *J. Food Sci. Technol.*, 50 (6): 1106 -1113.
- Muyonga, J. H., C. G. B. Coleb, & K. G. Duodu. 2004a. Characterisation of acid soluble collagen from skins of young and adult Nile perch (*Lates niloticus*). *Food Chemistry*, 85: 81-89.
- Nalinanon, S., S. Benjakul, & W. Visessanguan. 2008. Improvement of gelatin extraction from bigeye snapper skin using pepsin-aided process in combination with protease inhibitor. *Food Hydrocolloids*, 22: 615–622.
- Rachmawati K., D. 2016. Formulasi Sediaan Gel Pelembab Kulit Berbasis Kolagen Kulit Ikan Parang-Parang (*Chirocentrus dorab*). Skripsi. Departemen Teknologi Hasil Perairan, Institut Pertanian Bogor. Bogor.
- Senou, H. 2001. *Sphyraenidae Barracudas*. In: K. E. Carpenter and V. Niem (eds.), *The Living Marine Resources of the Western Central Pacific*. Vol. 6. *FAO Species identification Guide for Fishery Purposes. Bony Fishes part 4 (Labridae to Latimeriidae)*, Estuarine Crocodiles. *FAO*, Rome. p. 3685-3697.
- Setiawati, I.M. 2009. Karakteristik Mutu Fisika Kimia Gelatin Kulit Ikan Kakap Merah (*Lutjanus sp*) Hasil Proses Perlakuan Asam [Skripsi], Bogor, Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan, Institut Pertanian Bogor.
- Shim, K., N. Yoon, C. Lim, M. Kim, S. Kang, K. Choi, & T. Oh. 2017. The relationship between seasonal variations in body and proximate chub mackerel scomber japonicus from the Korea Coast. *Turkish Journal of Fisheries and Aquatic Sciences*, 17: 735-744.
- Shon, J., E. Ji-Hyun, S.J. Hwang, & E. Jongbang. 2011. Effect of processing conditions on functional properties of collagen powder from Skate (*Raja kenoje*) skins. *Food Sci. Biotechnol.*, 20 (1): 99-106.
- Songchotikunpan, P., J. Tattiyakul, & P. Supaphol. 2008. Extraction and electrospinning of gelatin from fish skin. *Int. J. Biol. Macromol.*, 42: 247-255.
- Suryanto. 2013. Tentang ikan barakuda. <http://sangiangsea.wordpress.com/2013/11/18/ikan-barakuda-besar/>. Diakses pada tanggal 03 Agustus 2019.
- Wiadnya & Setyohadi. 2012. Pengantar Ilmu Kelautan dan Perikanan. Universitas Brawijaya. Malang.
- Wiadnya. 2012. Ikan hasil tangkapan. http://wiadnyadgr.lecture.ub.ac.id/files/2012/01/4F_1-Ikan-Hasil-Tangkap-3.pdf. Diakses tanggal 19 November 2019.
- Winarno, F. G. 2008. Ilmu Pangan dan Gizi. Jakarta: Gramedia Pustaka Utama.

Zhang, M., W. Liu, & G. Li. 2009. Isolation and characterisation of collagens from the skin of largefin longbarbel catfish (*Mystus macropterus*). Food Chemistry, 115: 825-831.

Zipcodezoo. 2014. *Sphyaena jello*.
http://zipcodezoo.com/Animals/S/Sphyaena_jello.html. Diakses pada tanggal 19 November 2019.

IV. SIFAT FISIK KOLAGEN KULIT IKAN BARAKUDA (*Sphyraena jello*) SEBAGAI BAHAN AKTIF KOSMETIK

ABSTRAK

Kulit ikan berpotensi besar dapat digunakan sebagai sumber kolagen dan dapat diterima oleh berbagai konsumen di pasaran. Kolagen yang berbahan baku kulit babi dikhawatirkan mengandung flu babi dan umumnya tidak sesuai dengan keyakinan agama dan etnis tertentu seperti Muslim, Yahudi, dan Hindu, sedangkan kolagen yang berbahan baku kulit sapi dikhawatirkan terkontaminasi *bovine spongiform encephalopathy* (BSE) atau penyakit sapi gila (*mad cow disease*). Penelitian ini bertujuan untuk mengevaluasi karakteristik fisik kolagen dari kulit barakuda sebagai bahan aktif kosmetik. Metode ekstraksi kolagen kulit ikan barakuda (*S. jello*) diperoleh melalui tiga tahap. Tahap pertama adalah *pretreatment* meliputi perendaman kulit dalam larutan NaOH 0,1 M dengan perbandingan kulit dan larutan adalah 1 : 10 (b/v) selama 3 hari (pelarut diganti setiap hari); perendaman kulit ikan dengan EDTA 0,5 M pH 7,4 dengan perbandingan 1 : 10 (b/v) selama 24 jam; selanjutnya perendaman kulit ikan dalam butil alkohol 10% dengan perbandingan 1 : 10 (b/v) selama 24 jam. Tahap kedua yaitu perendaman kulit dalam larutan CH₃COOH 1,5% perbandingan 1 : 2 (b/v) selama 24 jam. Tahap ketiga adalah ekstraksi kulit dengan air, perbandingan antara kulit ikan dan air adalah 2 : 1 (b/v) selama 3 jam pada suhu 40°C; selanjutnya kolagen terlarut dikeringkan dengan *freeze dryer* untuk memperoleh kolagen serbuk. Karakterisasi fisik kolagen yang dilakukan meliputi rendemen, viskositas dan analisis FTIR. Karakteristik fisik kolagen yang dihasilkan adalah rendemen serbuk kolagen sebesar 3,33% (bb), nilai viskositas sebesar 3,48 cPs dan analisis FTIR menunjukkan adanya gugus amida A, amida B, amida I, amida II dan amida III. Struktur *triple heliks* pada amida I dan amida III mengindikasikan bahwa senyawa yang dihasilkan adalah kolagen. Berdasarkan sifat fisiknya, kolagen kulit ikan barakuda dapat digunakan sebagai bahan aktif kosmetik.

Kata kunci: Kulit ikan barakuda, ekstraksi, kolagen, sifat fisik, bahan aktif kosmetik

IV. PHYSICAL PROPERTIES OF BARRACUDA (*Sphyraena jello*) FISH SKIN COLLAGEN AS ACTIVE COSMETIC INGREDIENT

ABSTRACT

Fish skin has great potential to be used as a source of collagen which is acceptable to various consumers in the market. Collagen made from pig skin is feared to contain swine flu and is generally not in accordance with certain religious and ethnic beliefs such as Muslims, Jews and Hindus, while collagen made from cowhide is feared to be contaminated with bovine spongiform encephalopathy (BSE) or mad cow disease. This study aimed to evaluate the physical characteristics of collagen from barracuda skin as active cosmetic ingredients. Barracuda fish skin collagen extraction method (*S. jello*) was obtained through three stages. The first stage was pretreatment which included immersing the skin in 0.1 M NaOH solution with a ratio of skin and solution of 1:10 (w/v) for 3 d (solvent was replaced every day); soaking the skin with 0.5 M

EDTA pH 7.4 with a ratio of 1: 10 (w/v) for 24 h; then the skin was immersed in 10% butyl alcohol at a ratio of 1: 10 (w/v) for 24 h. The second step was soaking the skin in 1.5% CH₃COOH solution at a ratio of 1: 2 (w/v) for 24 h. The third stage was the extraction of skin with water, the ratio between fish skin and water is 2 : 1 (w/v) for 3 h at 40°C. Then, the solubilized collagen was dried with a freeze dryer to obtain powdered collagen. The physical characterization of collagen included yield, viscosity and FTIR analysis. Results showed that the collagen yield was 3.33% (ww), the viscosity was 3.48 cPs, and the FTIR analysis showed the presence of amide A, amide B, amide I, amide II and amide III groups. The triple helical structure of amide I and amide III indicated that the resulting compound was a collagen. The physical properties indicated that the barracuda fish skin collagen can be used as an active ingredient in cosmetics.

Keywords: Barracuda fish skin, extraction, collagen, physical properties, cosmetic active ingredient

A. Pendahuluan

Kolagen adalah salah satu dari kelompok protein yang jumlahnya mencapai 30% dari total protein penyusun tubuh manusia. Kolagen dalam tubuh manusia berperan sebagai struktur organik pembangun kulit, tulang, sendi, otot, dan gigi. Secara alamiah kolagen di dalam tubuh manusia berkurang sedikitnya 1% setiap tahunnya. Penurunan produksi kolagen mulai terjadi pada usia 25 tahun ke atas dan saat usia 30 tahun manusia kehilangan kolagen sekitar 15-20% dan usia 40 tahun kehilangan kolagen dapat mencapai 35-40%. Penurunan produksi kolagen berkaitan dengan menurunnya fungsi hormon estrogen yang bekerja mengubah fibroblas menjadi kolagen. Kerusakan kolagen kulit manusia juga dapat disebabkan oleh paparan radiasi sinar UV-A dan UV-B sinar matahari. Menurut Draelos & Taman (2006), kandungan kolagen dalam tubuh manusia akan berkurang seiring bertambahnya usia.

Kolagen sendiri berasal dari bahasa Yunani yaitu *kola* yang mempunyai arti “bahan pembentuk perekat”. Kolagen merupakan protein serabut yang memberikan fleksibilitas dan kekuatan pada jaringan dan tulang serta berbagai jaringan lainnya, termasuk kulit dan tendon. Kolagen telah banyak digunakan untuk kepentingan biomedis, farmasetika, industri makanan, industri obat, dan industri kosmetik.

Kolagen komersial yang beredar di pasaran terbuat dari kulit sapi dan kulit babi. Kolagen yang berbahan baku kulit babi dikhawatirkan mengandung flu babi dan umumnya tidak sesuai dengan keyakinan agama dan etnis tertentu seperti Muslim, Yahudi dan Hindu, sedangkan kolagen yang berbahan baku kulit sapi dikhawatirkan terkontaminasi *bovine spongiform*

encephalopathy (BSE) atau penyakit sapi gila (*mad cow disease*). Berbagai alasan inilah sehingga dicari alternatif lain sebagai sumber kolagen yang halal dan dapat diterima oleh berbagai konsumen di pasaran.

Pemanfaatan kulit ikan berpotensi sebagai bahan baku kolagen merupakan alternatif untuk mengatasi masalah tersebut. Kulit ikan merupakan sumber kolagen yang dapat diterima oleh semua konsumen di pasaran. Penelitian-penelitian kolagen yang diekstrak dari kulit ikan telah dilakukan oleh Kittiphattanabawon et al. (2005); Singh et al.(2010); Ahmad & Benjakul (2010). Ekstraksi kolagen dapat dilakukan secara kimiawi, enzimatis, maupun kombinasi antara kimiawi dan enzimatis. Ekstraksi kolagen secara kimiawi umumnya dilakukan melalui proses asam atau basa. Proses asam sesuai digunakan untuk bahan baku yang memiliki struktur kolagen dengan sedikit ikatan silang, misalnya babi dan kulit ikan. Proses basa cocok digunakan untuk bahan baku yang memiliki ikatan silang yang lebih padat dan kompleks, misalnya kulit dan tulang sapi (Karim & Bhat, 2009).

Ikan barakuda merupakan salah satu jenis ikan tangkapan yang jumlahnya cukup besar di perairan Indonesia. Pemanfaatan ikan barakuda sebagian besar menjadi produk diversifikasi olahan hasil perikanan yang pada umumnya menggunakan daging ikannya saja, sedangkan sisa-sisa pemanfaatan lain seperti kulit, tulang, kepala, dan sirip, belum dimanfaatkan secara optimal. Berdasarkan latar belakang di atas maka perlu dilakukan pemanfaatan limbah kulit ikan sebagai alternatif sumber kolagen sehingga dilakukan penelitian isolasi kolagen dari kulit barakuda yang dilanjutkan dengan pengujian karakteristik fisik kolagen untuk menentukan kualitas fisik kolagen kulit ikan barakuda sebagai bahan aktif kosmetik.

B. Bahan dan Metode Penelitian

1. Bahan dan alat

Bahan penelitian yang digunakan adalah kulit segar dari ikan barakuda (*S. jello*) yang diperoleh dari Tempat Pelelangan Ikan (TPI) Maccini Baji, Kelurahan Pundata Baji, Kecamatan Labakkang, Kabupaten Pangkep. Bahan kimia yang digunakan dalam ekstraksi kolagen adalah NaOH serbuk, asam asetat (CH_3COOH), butil alkohol, *Ethylene Diamine Tetra Acetic Acid* (EDTA), akuades serta bahan-bahan lainnya untuk analisis karakteristik kolagen.

Peralatan yang digunakan untuk ekstraksi kolagen di antaranya *stirring hot plate* merek Ika C-Mag, spektrofotometer UV-VIS merek Hitachi U-2800, *freeze dryer* merek Haichuan LDGZ-15, *rotary evaporator* merek Heidolph WB2000, neraca analitik sartorius, kain kasa, peralatan gelas merek Iwaki/Pyrex dan thermometer digital merek Omron MC-246. Alat-alat yang digunakan untuk analisis karakteristik sifat fisik kolagen diantaranya viskometer merek Brookfield LV, neraca analitik Metler Toledo dan FTIR *Spectrophotometer* merek Bruker Tensor 37.

2. Metode penelitian

Penelitian evaluasi karakteristik fisik dilakukan dalam tiga tahap, yaitu: 1) preparasi sampel; 2) ekstraksi kolagen, dan 3) karakterisasi sifat fisik kolagen. Karakteristik fisik yang diukur antara lain, nilai rendemen, viskositas dan gugus fungsi dengan FTIR (*Fourier Transform Infrared*).

a. Ekstraksi Kolagen

Proses ekstraksi kolagen dari sampel kulit ikan barakuda menggunakan metode modifikasi Nagai & Suzuki (2000); dan Baehaki et al. (2016) dengan langkah-langkah sebagai berikut:

- 1) Persiapan bahan baku utama. Kulit ikan barakuda disiangi hingga bersih dan dipisahkan dari daging yang masih tersisa menempel pada kulit. Sampel kulit ikan barakuda dipotong-potong dengan ukuran 2 x 2 cm². Sampel kulit ikan barakuda, kemudian ditimbang sebanyak 300 g.
- 2) Sampel kemudian dilakukan penghilangan protein non-kolagen dan pembebasan lemak (*degreasing*) dengan cara merendam sampel yang telah dipotong-potong dalam larutan NaOH 0,1 M. Perendaman ini dilakukan selama 3 hari (pelarut NaOH diganti setiap hari dengan yang baru). Kulit ikan dicuci dengan akuades hingga pH netral.
- 3) Sampel dilakukan penghilangan mineral-mineral dan logam berat kulit ikan dengan cara merendam sampel dalam EDTA 0,5 M pH 7,4 dengan perbandingan 1 : 10 (b/v) selama 24 jam lalu dicuci dengan akuades dingin hingga pH netral atau mencapai pH 7.
- 4) Sampel selanjutnya dilakukan penghilangan lemak dengan cara merendam kulit ikan dalam butil alkohol 10% dengan perbandingan 1 : 10 (b/v) selama 24 jam, lalu dicuci dengan akuades dingin hingga pH netral.
- 5) Proses perendaman sampel dilakukan dengan larutan CH₃COOH 1,5%, perbandingan 1 : 2 (b/v) selama 24 jam.

- 6) Kulit ikan dicuci dengan akuades dingin sampai pH netral sebelum dilanjutkan ke tahap ini adalah ekstraksi sampel dengan air, perbandingan antara kulit ikan dan air adalah 2 : 1 (b/v) selama 3 jam pada suhu 40°C sehingga diperoleh kolagen cair.
- 7) Hasil ekstraksi tersebut berupa kolagen cair, selanjutnya dikeringkan dengan *freeze dryer* untuk memperoleh kolagen dalam bentuk kapas atau serbuk.

b. Analisa karakteristik kolagen

Tahap ini bertujuan untuk menganalisis karakteristik fisik kolagen yang dihasilkan mencakup viskositas, nilai rendemen dan gugus fungsi. Viskositas diukur menggunakan viskometer Brookfield LV pada konsentrasi 1% dan suhu 30°C, nilai rendemen (AOAC, 1995) sesuai metode penelitian pada halaman 16 dan gugus fungsi dengan menggunakan spektrofotometer FTIR (Coates, 2000; Kong & Yu, 2007) pada halaman 17.

C. Analisa Data

Data karakterisasi kolagen diperoleh berdasarkan hasil pengamatan dan pengukuran lalu dibandingkan dengan pustaka dan dianalisis secara deskriptif.

D. Hasil dan Pembahasan

Karakterisasi kolagen

Karakteristik kolagen merupakan sifat penting untuk mengetahui potensi yang terdapat pada kolagen tersebut. Kolagen yang dihasilkan dari tahap sebelumnya dikarakterisasi baik sifat fisik dan kimianya. Karakterisasi sifat fisik kolagen yang dilakukan dalam penelitian ini meliputi nilai rendemen, viskositas dan gugus fungsi dengan FTIR.

1. Rendemen

Rendemen merupakan persentase kolagen yang dihasilkan dengan berat bahan baku awal. Rendemen adalah bagian bahan baku yang dapat dimanfaatkan dan dijadikan parameter yang penting sebagai gambaran nilai ekonomis dan keefektifan suatu bahan atau produk. Hasil penelitian menunjukkan rendemen kolagen kulit ikan barakuda yang dihasilkan adalah 3,33% (bb). Potaros et al. (2009) menyatakan bahwa perbedaan nilai rendemen pada kolagen yang diperoleh dapat disebabkan oleh perbedaan metode ekstraksi, konsentrasi larutan untuk menghilangkan protein non-kolagen, jenis bahan, suhu, dan lama waktu produksi.

2. Viskositas

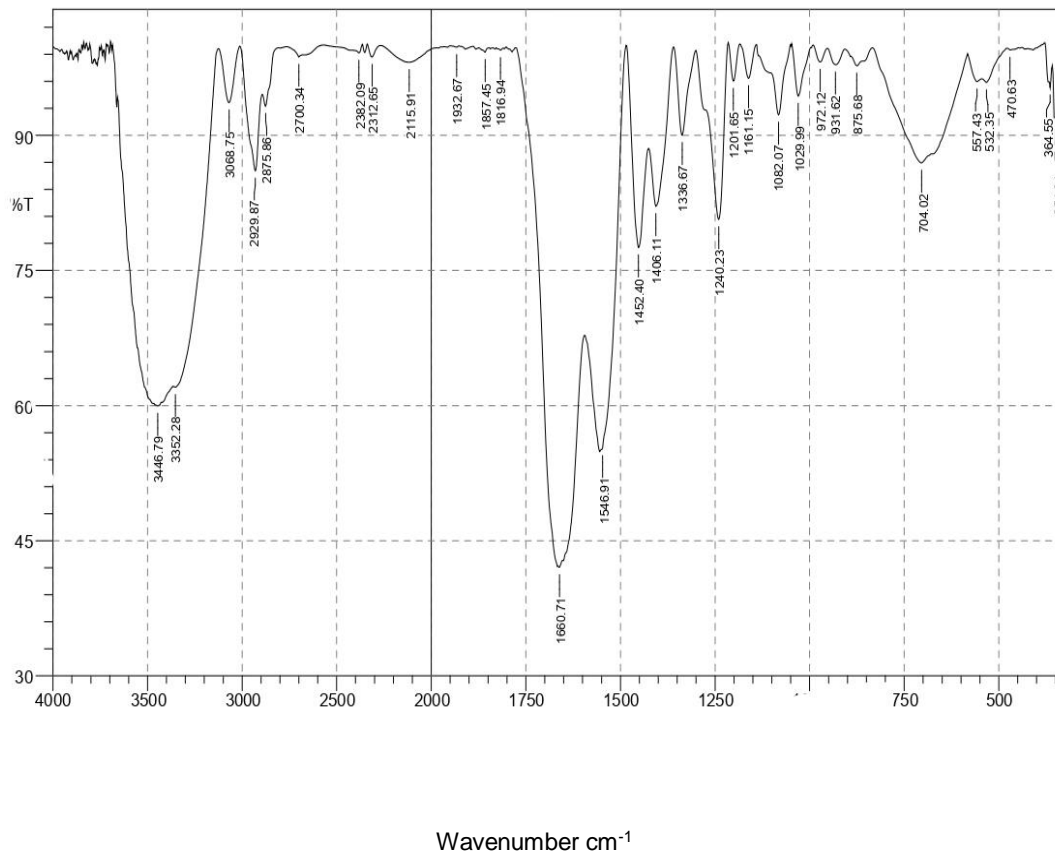
Viskositas atau kekentalan cairan adalah daya aliran molekul dalam suatu larutan atau ukuran ketahanan sebuah cairan terhadap perubahan bentuk ketika diberikan gaya. Viskositas merupakan sifat cairan yang dapat menunjukkan besarnya perlawanan terhadap gaya geser. Faktor yang memengaruhi viskositas antara lain suhu, gaya tarik antarmolekul, dan jumlah molekul terlarut. Pengukuran viskositas kolagen ditujukan untuk mengetahui tingkat kekentalan kolagen sebagai larutan pada konsentrasi dan suhu tertentu. Nilai viskositas kolagen kulit ikan barakuda yaitu sebesar 3,48 cPs. Nilai viskositas kolagen kulit ikan barakuda lebih rendah dibandingkan dengan nilai viskositas kolagen kulit ikan rainbow trout sebagai pembanding, yaitu sebesar 58,7 cps. Kolagen yang tidak memiliki viskositas yang tinggi dapat digunakan untuk bidang kosmetik, antara lain masker *peel off*. Menurut Stevens (2010) menyatakan nilai viskositas kolagen yang tinggi berguna untuk aplikasi pengembangan mutu gelatin dalam industri pangan. Kolagen yang tidak memiliki nilai viskositas tinggi malah berguna untuk bidang lain antara lain untuk aplikasi kemasan mikro dan pelapis fotosensitif.

Sadowska et al. (2000) menyatakan bahwa terdapat faktor-faktor yang dapat memengaruhi sifat fungsional kolagen seperti umur, periode hidup sampel ikan, tahapan preparasi sampel, konsentrasi, pH yang digunakan pada saat proses ekstraksi dan sebagainya. Menurut Zhang et al. (2010), suhu dan konsentrasi larutan akan memengaruhi nilai viskositas larutan. Semakin tinggi suhu maka viskositas semakin rendah dan semakin tinggi konsentrasi larutan viskositas juga mengalami peningkatan pada suhu yang sama. Tabarestani et al. (2012) menyatakan bahwa suhu yang tinggi menyebabkan rusaknya ikatan hidrogen yang merupakan penstabil struktur kolagen sehingga struktur *triple helix* kolagen mengalami perubahan menjadi bentuk coil. Zhang et al. (2010) menyatakan viskositas yang tinggi berkaitan dengan tolakan elektrostatis yang kuat antara molekul kolagen dalam larutan.

3. Spektroskopi *fourier transform infrared*

Spektroskopi *fourier transform infrared* (FTIR) merupakan teknik analisis spektroskopi yang memanfaatkan sinar infra merah sebagai sumber radiasi elektromagnetik yang menyebabkan terjadinya vibrasi molekul senyawa organik ketika menyerap sinar tersebut. Analisis FTIR sering digunakan dalam mengkarakterisasi senyawa-senyawa organik dengan melihat gugus fungsi

penyusunnya. Analisis FTIR yang dilakukan pada penelitian ini bertujuan untuk memastikan bahwa senyawa yang dihasilkan merupakan kolagen berdasarkan gugus-gugus fungsi penyusunnya. Muyonga et al. (2004b) menyatakan bahwa pengukuran FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) dilakukan untuk mempelajari perubahan struktur sekunder dari kolagen. FTIR digunakan para peneliti untuk mengetahui gugus fungsi, ikatan silang, denaturasi, dan daya tahan kolagen terhadap panas. Hasil spektrum *infrared* kolagen disajikan pada Gambar 3.



Gambar 3. Spektra *infrared* kolagen kulit ikan barakuda (*Sphyaena jello*)

Tabel 3. Karakteristik gugus fungsi kolagen kulit ikan barakuda hasil analisis FTIR

No.	Amida	Bilangan gelombang (cm ⁻¹)	Wilayah serapan (cm ⁻¹)	Keterangan	Referensi
1	Amida A	3352.28	3300-3500	Vibrasi <i>stretching</i> NH	Muyonga et al. (2004a)
2	Amida B	2929.87	2915-2935	Asimetrikal <i>stretching</i> CH ₂	Coates (2000)

Tabel 3. Lanjutan

3	Amida I	1660.71	1600-1690	Vibrasi <i>stretching</i> C=O	Kong & Yu (2007)
No.	Amida	Bilangan gelombang (cm ⁻¹)	Wilayah serapan (cm ⁻¹)	Keterangan	Referensi
4	Amida II	1546.91	1480-1575	CH <i>stretching</i> , NH <i>bending</i>	Kong & Yu (2007)
5	Amida III	1240.23	1229-1301	CH <i>stretching</i> , NH <i>bending</i>	Kong & Yu (2007)

Spektrum FTIR kolagen kulit ikan barakuda menunjukkan puncak-puncak serapan pada wilayah serapan amida yang meliputi amida A, amida B, amida I, amida II, dan amida III. Struktur sekunder kolagen kulit ikan barakuda pada amida A ditemukan pada bilangan gelombang 3352.28 cm⁻¹, amida B pada bilangan gelombang 2929.87 cm⁻¹, amida I pada bilangan gelombang 1660.71 cm⁻¹, amida II pada bilangan gelombang 1546.91 cm⁻¹, dan amida III pada bilangan gelombang 1240.23 cm⁻¹. Puncak serapan amida A pada bilangan gelombang 3352.28 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi *stretching* NH (Muyonga et al., 2004a), bilangan gelombang normal yang dimiliki amida A, yaitu 3300 cm⁻¹ - 3500 cm⁻¹. Spektrum FTIR kolagen pada bilangan gelombang 2933,24 cm⁻¹ yang mengindikasikan adanya gugus khas kolagen, yaitu amida B. Coates (2000) menyatakan gugus amida B dengan wilayah serapan pada bilangan gelombang 2915 cm⁻¹ - 2935 cm⁻¹. Kong & Yu (2007) menyatakan bahwa bilangan gelombang yang mengindikasikan serapan amida B terbentuk dari asimetrikal *stretching* CH₂. Nagai et al. (2010) menyatakan bilangan gelombang yang mengindikasikan serapan Amida A terbentuk dari ikatan asam amino pada kolagen berasosiasi dengan pelebaran vibrasi pada gugus N-H. Hal ini mengindikasikan adanya eksistensi ikatan hidrogen yang ada pada kolagen. Bilangan gelombang amida I yang terdeteksi pada 1660.71 cm⁻¹ menunjukkan adanya vibrasi peregangan gugus C=O. Amida I adalah gugus fungsi khas yang menyusun *Himantura gerrardi* kolagen. Kong & Yu (2007) menyatakan bahwa amida I terdeteksi pada kisaran bilangan gelombang 1600 cm⁻¹ - 1690 *bending* cm⁻¹. Amida I terkait dengan vibrasi peregangan gugus karbonil dan amida II yang merupakan gugus fungsi khas kolagen terdeteksi pada bilangan gelombang 1546.91 cm⁻¹. Kong & Yu (2007) menyatakan wilayah serapan amida II terkait dengan adanya gugus CN *stretching* dan NH *bending* pada kisaran 1480 cm⁻¹ -

1575 cm^{-1} . Kong & Yu (2007) menyatakan amida III memiliki wilayah serapan 1229 cm^{-1} – 1301 cm^{-1} . Wilayah serapan kolagen pada bilangan gelombang 1240.23 cm^{-1} mengindikasikan adanya gugus fungsi amida III yang menunjukkan CH *stretching* dan NH. Muyonga et al. (2004b) menyatakan bahwa intensitas amida III berkaitan dengan adanya struktur *triple helix*. Hal ini berarti bahwa ekstraksi kolagen kulit ikan barakuda dalam air pada suhu 40°C belum terdegradasi menjadi bentuk gelatin yang ditandai dengan masih adanya struktur *triple helix* dan menghasilkan kolagen. Gomez-Guillén et al. (2011) menyatakan bahwa denaturasi kolagen akibat proses pemanasan, menyebabkan rantai *triple helix* kolagen secara sempurna bertransformasi menjadi rantai tunggal α -*helix* (gelatin).

E. Kesimpulan

1. Karakteristik fisik kolagen dari kulit ikan barakuda yang dihasilkan adalah rendemen sebesar 3,33% (bb), viskositas 3,48 cPs, dan mengandung gugus amida A, amida B, amida I, amida II dan amida III, serta struktur *triple helix* pada amida I dan amida III mengindikasikan bahwa senyawa yang dihasilkan adalah kolagen.
2. Kolagen kulit ikan barakuda (*S. jello*) dapat digunakan sebagai bahan aktif kosmetik.

DAFTAR PUSTAKA

- Ahmad, M. & S. Benjakul. 2010. Extraction and characterisation of pepsinsolubilised collagen from the skin of unicorn leatherjacket (*Aluterus monoceros*). *Food Chemistry*, 120:817-824.
- AOAC. 1995. Official Methods of Analysis. The Association of Official Analytical Chemist. Inc. Washington, DC.
- Baehaki, A., S. D. Lestari & I. Desliani. 2016. Collagen hydrolysis from skin and bone of *Pangasius catfish* prepared by bromelain enzyme and antioxidant activity of hydrosate. *Der Pharma Chemica* 8(4):155-158.
- Coates, J. 2000. Interpretation of infrared spectra, a practical approach. In Meyers RA, editor. *Encyclopedia of Analytical Chemistry*. Chichester: John Wiley & Sons Ltd.
- Draelos, Z. D. & L. A. Thaman. 2006. *Cosmetic Science and Technology Series*. Volume ke-30, *Cosmetic Formulation of Skin Care Products*. Taylor & Francis Group. New York.
- Karim, A. A. & R. Bhat. 2009. Fish gelatin: properties, challenges, and prospects as an alternative to mammalian gelatins. *Food Hydrocolloid*, 23: 563-576.
- Kittiphattanabawon, P., S. Benjakul, W. Visessanguan, T. Nagai, & M. Tanaka. 2005. Characterisation of acid-soluble collagen from skin and bone of bigeye snapper (*Priacanthus tayenus*). *Food Chemistry*, 89:363–372.
- Kong, J. & S. Yu. 2007. Fourier transform infrared spectroscopic analysis of protein secondary structures. *Acta. Bioch. Bioph. Sin.*, 39(8): 549-559.
- Muyonga, J. H., C. G. B. Coleb, & K. G. Duodu. 2004a. Characterisation of acid soluble collagen from skins of young and adult Nile perch (*Lates niloticus*). *Food Chemistry*, 85: 81-89.
- Muyonga, J.H., C .G. B. Cole, & K. G. Duodu. 2004b. Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopic study of acid soluble collagen and gelatin from skins and bones of young and adult Nile perch (*Lates niloticus*). *Food Chemistry*, 86: 325-332.
- Nagai, T. & N. Suzuki. 2000. Isolation of collagen from fish waste material - skin, bone and fins. *Food Chemistry*, 68: 277-281.
- Nagai, T., N. Suzuki, Y. Tanoue, N. Kai, & T. Nagashima. 2010. Characterization of Acid-Soluble Collagen from skins of Surf Smelt (*Hypomesus pretiosujaponicus* Brevoort). *Journal Food and Nutrition Sciences* 1: 59-66.
- Potaras, T., N. Raksakulthai, J. Runglerdkreangkrai, & W. Worawattanamatekul. 2009. Characteristics of collagen from nile tilapia (*Oreochromis niloticus*) skin isolated by two different methods. *Kasetsart Journal*, 43, 584-593.
- Saanin H. 1968. *Taksonomi dan Kunci Identifikasi Ikan*. Buku 2. Bina Cipta. Bogor. 516 hal.
- Sadowska, M., I. Kolodziejaska, & C. Niecikowska. 2000. Isolation of collagen from the skin of Baltic cod (*Gadus morhua*). *Food Chemistry*, 81: 257-262.

- Singh, P., S. Benjakul, S. Maqsood, & H. Kishimura. 2010. Isolation and characterisation of collagen extracted from the skin of striped catfish (*P. hypophthalmus*). *Food Chemistry*, 124: 97-105.
- SNI. 2014. Kolagen kasar dari sisik ikan–Syarat mutu dan pengolahan. Standar Indonesia 8076:2014. Badan Standarisasi Nasional, Jakarta.
- Stevens, P. 2010. Gelatin, Pp. 116-144, In: *Food Stabilisers, Thickeners and Gelling Agents* (Alan Imeson, Ed). Wiley-Blackwell.
- Tabarestani, S. H., Y. Maghsoudlou, A. Motamedzadegan, S. A. R. Mahoonak, & H. Rostamzad. 2012. Study on some properties of acid-soluble collagens isolated from fish skin and bones of rainbow trout (*Onchorhynchus mykiss*). *Int. Food Res. J.*, 19 (1): 251-257.
- Zhang, M., Y. Chen, G. Li, & Z. Du. 2010. Rheological properties of fish skin collagen solution: Effects of temperature and concentration. *Korea-Aust. Rheol. J.*, 22(2): 119-127.

V. EKSTRAKSI DAN KARAKTERISASI KIMIA KOLAGEN DARI KULIT IKAN BARAKUDA (*Sphyaena jello*) SEBAGAI BAHAN AKTIF KOSMETIK

ABSTRAK

Kulit ikan barakuda (*S. jello*) berpotensi sebagai sumber kolagen yang halal dan dapat digunakan sebagai bahan baku kosmetik. Volume produksi ikan barakuda di Indonesia mengalami peningkatan pada tahun 2014-2018 dengan rata-rata kenaikan sebesar 26,70% per tahun dapat mendukung tersedianya bahan baku pembuatan kolagen. Pemanfaatan ikan barakuda selama ini umumnya diterapkan dalam bidang pangan yang menyisakan limbah antara lain kulit ikan. Penelitian ini bertujuan untuk mengevaluasi karakteristik kimia kolagen dari kulit barakuda sebagai bahan baku kosmetik. Ekstraksi kolagen dilakukan dengan tiga tahap, yaitu: a) *pretreatment* meliputi deproteinisasi menggunakan larutan natrium hidroksida (NaOH), perendaman dengan *ethylene diamine tetra acetic acid* (EDTA) dan perendaman dengan butil alkohol; b) perendaman dalam larutan asam asetat (CH₃COOH); dan c) ekstraksi dengan air. Karakterisasi kolagen yang dilakukan adalah sifat kimia kolagen. Karakteristik kimia meliputi proksimat, komposisi asam amino dan pH. Nilai proksimat kolagen kulit ikan barakuda terdiri atas kadar air 6,14%, abu 0,31%, protein 92,52% dan lemak 0,73%. Asam amino yang dominan pada kolagen adalah glisin, prolin, alanin, glutamat, dan pH kolagen yaitu 6,83. Berdasarkan sifat kimianya, kolagen kulit ikan barakuda memenuhi standar *cosmetic grade*

Kata kunci: Kulit ikan barakuda, ekstraksi, kolagen, karakterisasi kimia, kosmetik

V. EXTRACTION AND CHEMICAL CHARACTERIZATION OF COLLAGEN FROM THE SKIN OF BARACUDED FISH (*Sphyaena jello*) AS COSMETIC ACTIVE INGREDIENT

ABSTRACT

Barracuda (*Sphyaena jello*) skin has the potential as a source of halal collagen and can be used as a cosmetic raw material. The volume of barracuda fish production in Indonesia grew in 2014-2018 with an annual average increase of 26.70% which may support the availability of raw materials for production of collagen. The barracuda fish is generally utilised by the food sector which leaves waste, such as fish skin. This study aimed to evaluate the chemical characteristics of collagen from barracuda skin as a cosmetic raw material. Collagen extraction was carried out in three stages, namely a) pretreatment including deproteinization using sodium hydroxide (NaOH) solution, soaking with ethylene diamine tetra acetic acid (EDTA) and soaking with butyl alcohol; b) immersion in a solution of acetic acid (CH₃COOH); and c) extraction with water. Collagen characterization carried out is the chemical properties of collagen. Chemical characteristics included proximate and amino acid compositions, and pH. The proximate composition of the barracuda fish skin collagen consisted of 6.14% water content, 0.31% ash, 92.52% protein and 0.73% fat. The dominant amino acid in collagen was glycine, proline, alanine and glutamate, and the pH of collagen is 6.83. The chemical properties indicated that the barracuda fish skin collagen meet the cosmetic grade standards

Keywords: Barracuda skin, extraction, collagen, chemical characterization, cosmetic

A. Pendahuluan

Kolagen memiliki peranan penting dalam industry biomedis, farmasi, makanan, dan kosmetik (Kim & Mendis, 2006). Pemanfaatan kolagen dalam bidang industri berkembang pesat karena kolagen memiliki karakteristik yaitu mudah diserap dalam tubuh, memiliki sifat antigenesis rendah, afinitas dengan air tinggi, tidak beracun, *biocompatible* dan *biodegradable*, relatif stabil, dapat disiapkan dalam berbagai bentuk sesuai kebutuhan, dan mudah dilarutkan dalam air maupun asam (Lee et al., 2001).

Kolagen dalam bidang kosmetik digunakan sebagai bahan aktif pada produk perawatan kulit yang berfungsi membersihkan kulit, meningkatkan kelembaban kulit, mencegah keriput, menjaga kulit dari pengaruh buruk radiasi, dan menjaga elastisitas kulit. Kolagen merupakan salah satu kelompok protein yang tidak larut air, yang keberadaannya mencapai 30% dari seluruh protein penyusun tubuh manusia. Kandungan kolagen dalam tubuh manusia berkurang seiring dengan bertambahnya usia. Kerusakan kolagen pada kulit dapat juga disebabkan oleh paparan radiasi UV-A dan UV-B dari sinar matahari (Draelos & Thaman, 2006).

Kolagen yang banyak beredar di pasaran dibuat dari bahan baku jaringan kulit dan tulang sapi ataupun babi. Adanya isu penyakit sapi gila atau lebih dikenal dengan istilah *bovine spongiform encephalopathy* (BSE) mengakibatkan kekhawatiran penggunaan kolagen dari sapi serta larangan penggunaan semua jenis bahan yang berasal dari babi bagi umat Islam, sehingga diperlukan alternatif sumber kolagen yang aman dan halal.

Kulit dan tulang ikan adalah bahan baku yang potensial untuk digunakan sebagai sumber kolagen (Nalinanon et al., 2007). Pembuatan kolagen dari kulit ataupun tulang ikan potensial untuk dikembangkan di Indonesia karena kurangnya pemenuhan kebutuhan kolagen secara lokal, sementara pemanfaatan kolagen dari berbagai industri begitu besar. Kulit dan tulang ikan sebagai sumber kolagen mempunyai struktur molekul yang lebih kecil dibandingkan dengan kolagen yang bersumber dari sapi atau babi sehingga lebih mudah untuk diserap (Kumar et al., 2011). Limbah yang dihasilkan pada saat pengolahan ikan dapat mencapai 20 - 60% dari bahan baku. Limbah berupa kulit dan tulang ikan mencapai 30% dari limbah tersebut dengan kandungan kolagen yang tinggi

(Gomez-Guillen et al., 2002). Protein ekstraseluler pada kulit lebih dari 50% merupakan kolagen (Friess, 1998). Kolagen pada lapisan dermis sebanyak 70% dari total kolagen pada kulit (Goddard & Gruber, 1999). Pemanfaatan kulit ikan sebagai sumber kolagen dapat mengurangi limbah industri pengolahan dan memberikan nilai tambah pada limbah tersebut.

Perkembangan industri pengolahan filet ikan ini berdampak positif yaitu sebagai sumber devisa negara dan penyedia lapangan kerja. Namun, industri filet ini juga memiliki dampak negatif yaitu limbah hasil produksi berupa kepala, tulang, isi perut, sisik, dan kulit. Hal ini menunjukkan potensi bagi pemanfaatan kulit ikan barakuda (*S. jello*) sebagai sumber kolagen.

Penelitian mengenai kolagen kulit ikan barakuda belum pernah dilakukan. Volume produksi Ikan barakuda yang mengalami peningkatan selama lima tahun terakhir ini sehingga dapat mendukung tersedianya bahan baku pembuatan kolagen. Pemanfaatan ikan barakuda selama ini banyak diterapkan dalam bidang pangan yang menyisakan limbah antara lain kulit ikan. Dengan demikian kulit ikan barakuda berpotensi dijadikan sebagai sumber kolagen dapat digunakan sebagai bahan baku kosmetik.

Metode ekstraksi dalam proses pembuatan kolagen dan karakterisasi kimia dari kulit ikan barakuda perlu dilakukan dengan tujuan aplikasi sebagai bahan baku kosmetik yang sesuai dengan *cosmetic grade*. Perlakuan awal penting diperhatikan agar dapat meningkatkan kualitas kemurnian kolagen yang dihasilkan. Perlakuan awal dalam penelitian ini menggunakan *ethylene diamine tetra acetic acid* (EDTA) yang bersifat mengikat ion-ion logam pada bahan. Keberadaan ion logam dalam kolagen sebagai bahan baku kosmetik dapat menurunkan kualitas produk. *Ethylene diamine tetra acetic acid* belum banyak digunakan oleh peneliti-peneliti di Indonesia dalam melakukan ekstraksi kolagen.

Berdasarkan uraian di atas, maka penelitian mengenai metode ekstraksi dalam proses pembuatan kolagen serta karakterisasi sifat kimia dari kolagen kulit ikan barakuda yang dihasilkan perlu dilakukan dengan tujuan aplikasi sebagai bahan baku kosmetik.

B. Bahan dan Metode Penelitian

Bahan yang digunakan adalah kulit segar dari ikan barakuda (*S. jello*). Ikan barakuda diperoleh dari Tempat Pelelangan Ikan (TPI) Maccini Baji, Kelurahan Pundata Baji, Kecamatan Labakkang, Kabupaten Pangkep. Ukuran

berat ikan yang digunakan berkisar antara 200 - 300g/ekor. Kulit ikan barakuda disiangi hingga bersih dan dipisahkan dari daging yang masih tersisa menempel pada kulit. Sampel kulit ikan barakuda dipotong-potong kemudian dikemas dan disimpan dalam *freezer* hingga sampel tersebut akan digunakan. Bahan kimia yang digunakan dalam ekstraksi kolagen adalah NaOH serbuk, asam asetat, butil alkohol, EDTA, akuades dan bahan-bahan lainnya untuk analisis karakteristik kolagen.

Alat yang digunakan untuk ekstraksi kolagen diantaranya *stirring hot plate* merek Ika C-Mag, spektrofotometer UV-VIS merek Hitachi U-2800, *freeze dryer* merek Haichuan LDGZ-15, *rotary evaporator* merek Heidolph WB2000, neraca analitik sartorius, kain kasa, peralatan gelas merek Iwaki Pyrex dan termometer. Alat-alat yang digunakan untuk analisis karakteristik sifat fisik kolagen di antaranya Viscometer Brookfield LV, neraca analitik Metler Toledo dan Bruker Tensor 37 *Fourier Transform Infrared Spectrophotometer*.

1. Ekstraksi kolagen kulit ikan barakuda (modifikasi Nagai & Suzuki, 2000; Baehaki et al., 2016)

Ekstraksi kolagen dilakukan dengan 3 tahap, yaitu (1) *pretreatment*, (2) perendaman dalam asam asetat dan (3) ekstraksi dengan air. Tahap pertama atau *pretreatment* meliputi deproteinisasi menggunakan larutan NaOH; perendaman dengan EDTA; perendaman dengan butil alkohol; dan perendaman dalam larutan asam asetat (CH₃COOH). Perendaman kulit dalam larutan NaOH adalah *pretreatment* yang ditujukan untuk menghilangkan protein non-kolagen. Perendaman kulit ikan dalam EDTA bertujuan menghilangkan mineral-mineral dan logam berat kulit ikan. Tahap selanjutnya, perendaman kulit ikan dalam butil alkohol untuk menghilangkan lemak kulit ikan. Tahap perendaman kulit dalam asam asetat bertujuan memudahkan proses ekstraksi pada tahap berikutnya dengan mengubah struktur serat kolagen. Perendaman dalam asam asetat mengakibatkan masuknya air ke dalam serat kolagen sehingga terjadi pengembangan kulit (*swelling*) yang akan mempermudah ekstraksi dan meningkatkan kelarutan kolagen. Tahap ketiga adalah ekstraksi kulit ikan dengan akuades.

Proses ekstraksi kolagen dari sampel kulit ikan barakuda menggunakan metode modifikasi Nagai & Suzuki, 2000; Baehaki et al., 2016 dengan metode atau langkah-langkah dapat dilihat pada halaman 31-32 dan Lampiran 1.

2. Karakterisasi kimia kolagen

Karakteristik kimia kolagen merupakan salah satu sifat penting untuk mengetahui potensi yang terdapat pada kolagen tersebut. Tahap ini bertujuan untuk mendapatkan karakteristik kimia kolagen kulit ikan barakuda sebagai bahan baku kosmetik. Karakterisasi komposisi kimia meliputi analisis proksimat (AOAC, 2005) prosedur penelitiannya pada halaman 11- 12, jenis asam amino (AOAC, 1995) pada halaman 16 dan pH (AOAC, 2005) pada halaman 16. Analisis proksimat meliputi analisis komposisi kimia kadar air, protein, lemak, dan abu kolagen kulit ikan barakuda.

Komposisi asam amino ditentukan dengan *high performance liquid chromatography* (HPLC). Analisis asam amino menggunakan HPLC terdiri atas empat tahap, yaitu: (1) tahap pembuatan hidrolisat protein; (2) tahap pengeringan; (3) tahap derivatisasi; dan (4) tahap injeksi serta analisis asam amino. Sampel kolagen dihidrolisis dengan cara sampel ditimbang sebanyak 0,2 g dan dihancurkan. Sampel yang telah hancur ditambahkan dengan HCl 6 N sebanyak 5 - 10 mL, kemudian dipanaskan dalam oven pada suhu 100°C selama 24 jam. Hidrolisat protein yang diperoleh disaring dengan milipore berukuran 45 mikron. Hidrolisat protein ditambah dengan 30 µL larutan pengering. Larutan pengering dibuat dari campuran antara metanol, natrium asetat, dan trietilamin dengan perbandingan 2 : 2 : 1. Proses pengeringan dibantu menggunakan gas nitrogen. Selanjutnya sebanyak 30 µL larutan derivatisasi ditambahkan pada hasil pengeringan. Larutan derivatisasi dibuat dari campuran antara larutan metanol, pikotisianat, dan trietilamin, dengan perbandingan 3 : 3 : 4, kemudian dilakukan pengenceran dengan cara menambahkan 10 mL asetonitil 60% atau buffer fosfat 0,1 M lalu dibiarkan selama 20 menit. Hasil pengenceran disaring kembali menggunakan milipor berukuran 0,45 mikron. Hasil saringan diambil sebanyak 20 µL untuk diinjeksikan ke dalam HPLC, lalu dilakukan analisis asam amino.

C. Analisa Data

Data karakterisasi kolagen diperoleh berdasarkan hasil pengamatan dan pengukuran lalu dibandingkan dengan pustaka dan dianalisis secara deskriptif.

D. Hasil dan Pembahasan

Karakterisasi komposisi kimia kolagen

Karakteristik kolagen merupakan sifat penting untuk mengetahui potensi yang terdapat pada kolagen tersebut. Kolagen yang dihasilkan dari tahap

sebelumnya dikarakterisasi sifat kimianya. Karakterisasi sifat kimia kolagen yang dilakukan meliputi proksimat, jenis asam amino, dan pH. Kolagen yang akan digunakan dalam formulasi kosmetik harus memenuhi spesifikasi *cosmetic grade* pada Tabel 4.

Tabel 4. Spesifikasi kolagen *cosmetic grade*

Parameter	Spesifikasi
<i>Appearance</i>	White powder
<i>Odor</i>	No off-smell
<i>Protein</i>	≥90%
<i>Ash</i>	<1%
<i>Moisture</i>	<5%
<i>Molecular Weight</i>	3000 Da
<i>Lead (Pb)</i>	<0.5 mg/kg
<i>As</i>	<0.3 mg/kg
<i>Hg</i>	<0.1 mg/kg
<i>Total Bacteria (cfu/g)</i>	<1000 (cfu/g)
<i>Mold count (cfu/g)</i>	<50 (cfu/kg)
<i>Pathogenic bacteria (Salmonella sp., Staphylococcus aureus)</i>	Negatif

Sumber: Zhengzhou Sigma Chemical Co., Ltd.

1. Komposisi proksimat

Komposisi kimia kolagen merupakan parameter keefektifan proses deproteinisasi, *defatting*, demineralisasi, dan ekstraksi pada pembuatan kolagen. Komposisi kimia kolagen ini adalah parameter kualitas kolagen yang dihasilkan dan sekaligus menunjukkan efektifitas *pretreatment* kulit dalam proses pembuatan kolagen. Proses *pretreatment* dilakukan melalui perendaman kulit dalam larutan alkali, asam, dan EDTA bertujuan menghilangkan protein non-kolagen dan komponen lain yaitu lemak dan mineral. Proses ini dilakukan agar diperoleh kandungan protein kolagen yang tinggi.

Perendaman kulit dalam larutan NaOH adalah *pretreatment* yang ditujukan untuk menghilangkan protein non kolagen. Tahap *degreasing* akan menyebabkan perubahan materi secara kimia. Glisin sebagai salah satu dari tiga asam amino yang terkandung dalam rantai polipeptida protein kulit ikan bereaksi dengan NaOH, seperti yang terlihat pada persamaan berikut (Simanjuntak, 2013):



Sebelum terjadi reaksi, asam amino yang terkandung di dalam kolagen (glisin dan prolin) memiliki daya regang yang kuat. Kolagen yang membentuk *helix* disebut kelompok kolagen. Perendaman kulit ikan dalam larutan NaOH

akan terjadi reaksi yang mengakibatkan pilinan *helix* menjadi regang sehingga kulit dapat mengikat air. Reaksi ini ditandai dengan struktur yang semula tipis menjadi tebal dan warna menjadi bening.

Zhou & Regenstein (2005) menyatakan NaOH dan Ca(OH)_2 adalah salah satu larutan alkali yang dapat menghilangkan protein non-kolagen. *Pretreatment* pengeluaran protein non-kolagen lebih efektif jika menggunakan larutan basa dibanding larutan asam dengan tingkat kehilangan kolagen yang rendah. Perendaman dalam larutan NaOH dengan konsentrasi 0,01 mol/L OH dan 0,1 mol/L OH dapat menghilangkan protein non-kolagen. Konsentrasi larutan NaOH di atas 0,1 mol/L OH tidak memberikan pengaruh terhadap penghilangan protein non-kolagen.

Yoshimura et al. (2000) menyatakan bahwa kelarutan kolagen selama proses *pretreatment* terjadi karena larutan basa menyerang struktur kolagen di wilayah teleopeptida.

Liu et al. (2015) menyatakan bahwa penggunaan NaOH 0.05 dan 0.1 M dapat melarutkan protein non kolagen tanpa menyebabkan kehilangan kolagen pada kulit, sedangkan penggunaan NaOH diatas 0.1 M secara signifikan menyebabkan kehilangan kolagen pada kulit. Kelebihan konsentrasi OH akan mengakibatkan terputusnya sebagian ikatan kovalen dalam struktur kolagen. Hal ini sesuai pendapat Jaswir et al. (2011) yang menyatakan bahwa NaOH memiliki peranan dalam pemisahan untaian dari batang-batang serat kolagen. Menurut Gelse et al. (2003) menyatakan bahwa wilayah telopeptida merupakan ujung-ujung dari rantai *triple helix* yang terbuka dan berperan dalam pembentukan ikatan kovalen *crosslinking*. Hinterwaldner (1977) menyatakan bahwa kondisi basa menyebabkan hancurnya sebagian ikatan silang pada struktur kolagen sehingga terjadi pelepasan zat non kolagen.

Pretreatment dalam proses ekstraksi kolagen dalam penelitian ini juga menggunakan EDTA dan butil alkohol. Perendaman kulit ikan dalam EDTA bertujuan menurunkan kadar mineral-mineral dan logam berat kulit ikan. Tahap selanjutnya, kulit ikan direndam dalam butil alkohol 10% yang bertujuan untuk mengurangi kadar lemak kulit ikan (Nagai & Suzuki, 2000).

Ethylene diamine tetra acetic acid merupakan salah satu asam kompleks dari asam amina polikarbonat dengan rumus kimia $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_8$. *Ethylene diamine tetra acetic acid* digolongkan *chelating agent* (agensia pengkelat) yang dapat mengikat ion logam pada bahan pangan di antaranya Ca^{2+} dan Fe^{3+} . Ion logam

dalam bahan pangan dan kosmetik penting untuk diikat atau dikurangi agar tidak menurunkan kualitas dan daya simpan produk (Sugihartono et al., 2019).

Butil alkohol dengan nama lain n-butanol, memiliki rumus molekul $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{OH}$ digunakan sebagai bahan pembersih dan pelarut untuk farmasetikal. Penggunaan butil alkohol lainnya antara lain sebagai pelarut non-reaktif pada reaksi kimia dan non-korosif (Badan POM RI, 2012).

Keberadaan lemak dan mineral-mineral pada kolagen akan menurunkan kualitas kolagen. Shon et al. (2011) menyatakan bahwa lemak dan mineral pada kulit ikan berpengaruh terhadap karakteristik dan keefektifan penggunaan kolagen pada berbagai produk, antara lain produk kosmetik. Kadar lemak dan mineral kulit ikan barakuda yang tinggi mengindikasikan perlunya optimasi proses *pretreatment* kulit untuk menghilangkan lemak dan mineral-mineral dalam kulit agar dapat meningkatkan kualitas kolagen yang dihasilkan.

Perendaman kulit dalam asam asetat ditujukan untuk memudahkan proses ekstraksi pada tahap berikutnya dengan mengubah struktur serat kolagen. Perendaman dalam asam asetat mengakibatkan masuknya air ke dalam serat kolagen sehingga terjadi penggembungan kulit (*swelling*). Masuknya air ke dalam serat kolagen terjadi karena adanya gaya elektrostatis antara gugus polar pada serat kolagen dan H^+ dari asam, atau terbentuknya ikatan hidrogen antara gugus non-polar pada serat kolagen dan H^+ dari asam (Jaswir et al., 2011). Pembengkakan ini dapat mendukung rusaknya struktur serat kolagen, melalui terganggunya ikatan non-kovalen yang akan mempermudah ekstraksi dan meningkatkan kelarutan kolagen.

Perendaman kulit ikan dengan asam asetat akan menyebabkan terjadinya perubahan materi protein kolagen (asam amino glisin) yang bereaksi dengan CH_3COOH sesuai persamaan berikut (Simanjuntak, 2013):



Tahap ekstraksi dengan air, pencucian kulit dengan air mengalir sampai pH mendekati netral bertujuan agar diperoleh kolagen yang memiliki pH mendekati netral. Hinterwaldner (1977) menyatakan bahwa ekstraksi dengan air merupakan proses penetralan yang akan mengurangi sisa asam maupun basa untuk memperoleh pH akhir yang mendekati netral. Ekstraksi kulit menggunakan air bersuhu 40°C selama 3 jam. Pemanasan kulit bersuhu 40°C menyebabkan kerusakan ikatan hidrogen dan kovalen sebagaimana yang telah berlangsung pada proses perendaman asam asetat. Gómez-Guillén et al. (2011) menyatakan

bahwa proses kerusakan ikatan hidrogen dan kovalen akibat pemanasan kolagen menyebabkan terganggunya kesetabilan struktur *triple helix* kolagen sehingga terjadi perubahan bentuk menjadi gulungan dan akhirnya kolagen terdegradasi menjadi gelatin yang larut air. Ekstraksi dengan air digunakan suhu 40°C ditujukan untuk menghindari terjadinya degradasi kolagen menjadi gelatin selama ekstraksi berlangsung. Kołodziejska et al. (2008) menyatakan bahwa degradasi kolagen menjadi gelatin terjadi di atas suhu 45°C. Hasil ekstraksi kulit dengan air adalah kolagen larut air, kemudian dikeringkan dengan *freeze dryer* sehingga diperoleh kolagen dalam bentuk serbuk.

Komposisi kimia kolagen kulit ikan barakuda dan beberapa kolagen kulit ikan lain disajikan pada Tabel 5.

Tabel 5. Komposisi kimia kolagen kulit ikan barakuda dan beberapa kulit ikan lain

No	Analisis	Nilai (%) ¹ hasil penelitian	Nilai (%) ² referensi	Nilai (%) ³ referensi	Syarat mutu kolagen (%) (SNI 8076:2014)	Spesifikasi kolagen <i>cosmetic grade</i> (%) (Zhengzhou Sigma Chemical Co., Ltd.)
1	Air	6,14	7,01	3,49	≤ 12	< 5
2	Abu	0,31	3,38	0,21	≤ 1,0	< 1
3	Protein	92,52	86,40	96,2	≥ 75	≥ 90
4	Lemak	0,73	0,35	0,31	-	-

Keterangan: ¹Data Pribadi (*S. jello*); ²Shon et al. (2011) kulit ikan skate (*R. kenojei*); ³Tabarestani et al. (2012) kolagen kulit ikan rainbow trout (*O. mykiss*)

Berdasarkan Tabel 5, komposisi utama kolagen adalah protein dalam jumlah yang besar dan komponen lainnya berupa air, lemak, dan abu dalam jumlah yang sedikit. Kandungan protein kolagen kulit ikan barakuda lebih tinggi dibandingkan kandungan protein kolagen kulit ikan skate (*R. kenojei*) namun lebih rendah dibanding dengan protein kolagen kulit ikan rainbow trout (*O. mykiss*). Jamilah et al. (2013) menyatakan perbedaan kadar protein dapat disebabkan oleh perbedaan metode ekstraksi yang digunakan dan perbedaan spesies ikan yang digunakan.

Kandungan lemak kolagen kulit ikan barakuda sedikit lebih tinggi dibandingkan kolagen kulit ikan skate dan rainbow trout, sedangkan kandungan abu kolagen kulit ikan barakuda lebih rendah dibandingkan pada kolagen dari kulit ikan skate, namun sedikit lebih tinggi dibanding dengan kolagen kulit ikan rainbow trout. Perbedaan kandungan proksimat kolagen diduga disebabkan

sumber bahan baku kulit yang berbeda yang memiliki komponen kimia yang berbeda dan metode ekstraksi yang digunakan. Bechtel (2003) menyatakan bahwa perbedaan komposisi kimia dapat disebabkan oleh perbedaan umur, jenis kelamin, habitat ikan, dan cara preparasi kulit. Kulit ikan barakuda memiliki kandungan lemak dan abu yang tinggi. Shon et al. (2011) menyatakan bahwa kulit yang memiliki kandungan lemak dan abu yang tinggi memerlukan teknik pemurnian yang berbeda untuk menghasilkan produk kolagen dengan kemurnian tinggi.

Kandungan lemak dan abu pada kolagen kulit ikan barakuda yang dihasilkan rendah dan mengalami penurunan dibandingkan dengan bahan baku. Hal ini mengindikasikan proses *pretreatment* kulit dengan perendaman dalam larutan basa, EDTA, dan butil alkohol, efektif untuk mereduksi lemak dan mineral-mineral dalam kulit ikan barakuda. Hinterwaldner (1977) menyatakan bahwa perendaman kulit dalam larutan basa mengakibatkan hancurnya sebagian ikatan silang pada struktur kolagen sehingga kulit dapat melepaskan zat selain protein kolagen, misalnya lemak, kotoran, pigmen, dan protein non-kolagen.

Kandungan air kolagen kulit ikan barakuda lebih tinggi dibandingkan kandungan air kolagen kulit ikan rainbow trout, namun lebih rendah dibanding dengan kandungan air kolagen kulit ikan skate (Tabel 5). Kolagen kulit ikan barakuda sudah memenuhi spesifikasi kolagen *cosmetic grade* ditinjau dari kandungan protein dan abu, namun kandungan air sedikit lebih tinggi yaitu 6.14% dari spesifikasi *cosmetic grade* yaitu $< 5\%$, namun masih memenuhi syarat mutu kolagen yaitu $\leq 12\%$ (SNI 8076:2014). Kadar air kolagen diduga disebabkan cara pengemasan kolagen yang kurang memadai memungkinkan dapat terjadi proses penyerapan air selama penyimpanan. Kolagen *cosmetic grade* mensyaratkan kandungan air $< 5\%$, protein $\geq 90\%$, dan abu $< 1\%$ (Zhengzhou Sigma Chemical Co., Ltd.). Proksimat kulit ikan barakuda sesuai dan memenuhi persyaratan kolagen sisik ikan menurut SNI 8076:2014 yaitu kandungan air ≤ 12 , abu $\leq 1,0$, dan protein ≥ 75 . Kolagen kulit ikan barakuda berpotensi besar untuk digunakan sebagai bahan aktif kosmetik. Teknik pengemasan kolagen kulit ikan barakuda yang tepat dan memadai penting untuk dilakukan untuk meminimalkan kandungan air $< 5\%$, protein $\geq 90\%$ dan abu $< 1\%$ hingga sesuai dengan kandungan air yang disyaratkan kolagen *cosmetic grade*.

2. Asam amino

Kolagen telah teridentifikasi sebanyak 28 jenis yaitu kolagen dengan Tipe I-XXVIII. Setiap jenis kolagen memiliki urutan-urutan asam amino dan struktur molekul yang khas (Matmaroh et al. 2011). Kumar et al. (2011) menyatakan bahwa kolagen mengandung 90% protein dan 18 jenis asam amino, tujuh diantaranya merupakan asam amino esensial.

Asam amino merupakan struktur pembentuk protein. Protein tersusun atas asam amino yang saling berikatan yang dinamakan ikatan peptida. Kolagen merupakan jenis protein yang tersusun atas asam amino-asam amino yang saling berikatan. Haris (2008) menyatakan bahwa asam amino esensial pada kolagen terdiri atas asam amino isoleusin, leusin, lisin, metionin, fenilalanin, treonin, valin, dan arginin. Hasil analisis asam amino kolagen kulit ikan barakuda disajikan pada Tabel 6.

Tabel 6. Komposisi asam amino kulit ikan barakuda

No.	Asam Amino	Hasil (%)
1	Serin	3,04
2	Asam glutamat	10,91
3	Fenilalanin	2,48
4	Isoleusin	1,21
5	Valin	2,44
6	Alanin	12,42
7	Arginin	9,70
8	Glisin	26,50
9	Lisin	3,87
10	Asam aspartate	5,74
11	Leusin	2,76
12	Tirosin	0,50
13	Prolin	12,70
14	Threonin	3,16
15	Histidin	0,94
16	Sistin	Tidak terdeteksi
17	Metionin	1,54
18	Triptofan	Tidak terdeteksi

Kolagen kulit ikan barakuda memiliki komposisi asam amino yang hampir sama dengan komposisi asam amino yang paling dominan kolagen pada umumnya adalah glisin (26,50%), prolin (12,70%), alanin (12,42%), dan asam glutamat (10,91%). Asam amino yang terkandung dalam jumlah sedikit adalah tirosin (0,50%) dan histidin (0,94%) sedangkan yang tidak mengandung asam amino adalah sistin dan triptofan. Hasil penelitian ini selaras dengan kandungan asam amino kolagen dari kulit ikan largefin longbarbel catfish (*Mystus macropterus*) yang paling dominan, yaitu glisin (31,7%); prolin (13,9%); alanin

(11,6%) dan kulit ikan grass carp dengan glisin (33,4%); prolin (12,1%); alanin (13,5%) (Zhang et al., 2009).

Nalinanon et al. (2011) menyatakan bahwa kolagen tipe I mengandung asam amino glisin, alanin, dan, prolin, dalam jumlah yang tinggi, sedangkan asam amino tirosin dan histidin hanya terdapat dalam jumlah yang sedikit serta tidak mengandung sistin dan triptofan. Kittiphattanabawon et al. (2010a) mengatakan bahwa glisin merupakan asam amino utama pembentuk kolagen yang meliputi 1/3 dari total asam amino. Hasil penelitian ini menggambarkan bahwa kolagen kulit ikan barakuda yang dihasilkan termasuk kolagen tipe I karena memiliki komposisi asam amino glisin, alanin, dan prolin, dalam jumlah yang tinggi.

Kittiphattanabawon et al. (2010) menyatakan kandungan asam amino berkolerasi dengan habitat ikan dari kolagen. Susunan triple heliks kolagen (Gly-X-Y) memiliki 35% prolina dan hidroksiprolina sebagai penyusunnya, sementara glisina terdapat pada setiap posisi ketiga susunan. Kelompok hidroksil pada hidroksiprolina berpengaruh pada stabilitas rantai *helix* melalui ikatan hidrogen antar-rantai yang menghubungkan secara langsung molekul air dengan grup karbonil.

3. Derajat keasaman (pH)

Hasil pengukuran pH kolagen kulit ikan barakuda, yaitu 6,83 pada suhu ruang. Hasil tersebut sesuai dengan syarat mutu kolagen SNI 8076:2014 yaitu 6,5 – 8. Nilai pH ikan barakuda lebih tinggi dari pH kolagen beberapa merk kolagen untuk kosmetik yang dilaporkan Peng et al. (2004) yaitu berkisar antara 3,8–4,7.

Perbedaan pH akhir kolagen tersebut dapat disebabkan perbedaan jenis dan konsentrasi asam atau basa yang digunakan selama perendaman. Proses asam cenderung menghasilkan nilai pH rendah dan sebaliknya proses basa cenderung menghasilkan nilai pH yang tinggi. Kombinasi perlakuan asam dan basa pada proses ekstraksi cenderung menghasilkan pH akhir kolagen yang netral. Proses penetralan berpengaruh terhadap pH akhir kolagen karena proses ini mengurangi sisa-sisa larutan asam atau basa akibat perendaman. Basa kuat NaOH terionisasi lebih dahulu menjadi Na⁺ dan OH⁻. Ion hidroksida ini akan segera bereaksi dengan asam asetat membentuk air dan ion asetat (Zhou & Regenstein, 2005).

Proses penetralan akan memengaruhi pH akhir kolagen karena proses tersebut dapat mengurangi sisa-sisa asam maupun basa setelah perendaman. Proses penetralan yang baik menghasilkan pH akhir yang mendekati pH netral (Hinterwaldner, 1977).

E. Kesimpulan

1. Karakteristik kimia kolagen kulit ikan barakuda (*S. jello*) memenuhi standar *cosmetic grade*
2. Proses *pretreatment* kulit dengan perendaman dalam larutan basa, EDTA dan butil alkohol sangat efektif mereduksi protein non-kolagen, lemak, dan mineral-mineral dalam kulit ikan barakuda

DAFTAR PUSTAKA

- AOAC. 1995. Official Methods of Analysis. The Association of Official Analytical Chemist. Inc. Washington, DC.
- AOAC. 2005. Official Methods of Analysis. Association of Official Analytical Chemist Inc. Mayland. USA.
- Badan POM RI. 2012. T-Butyl Alkohol. <https://adoc.pub/t-butyl-alkohol-t-butyl-alkohol.html>. Diakses pada tanggal 24 September 2021.
- Baehaki, A., S. D. Lestari & I. Desliani. 2016. Collagen hydrolysis from skin and bone of *Pangasius catfish* prepared by bromelain enzym and antioxidant activity of hydrosate. *Der Pharma Chemica* 8(4):155-158.
- Bechtel, P. J. 2003. Properties of different fish processing by product from pollock, cod, and salmon. *J. Food Process. Pres.*, 27: 101-116.
- Draelos, Z. D. & L. A. Thaman. 2006. Cosmetic Science and Technology Series. Volume ke-30, Cosmetic Formulation of Skin Care Products. Taylor & Francis Group. New York.
- Friess, W. 1998. Collagen – biomaterial for drug delivery. *Eur. J. Pharm. Biopharm.*,45:113-136.
- Gelse, K., E. Poßchl, & T. Aigner. 2003. Collagens—structure, function, and biosynthesis. *Adv. Drug. Deliver. Rev.*, 55:1531-1546.
- Goddard, E. D. & J. V. Gruber. 1999. Principles of Polymer Science and Technology in Cosmetics and Personal Care. New York: Marcel Dekker, Inc.
- Gómez-Guillén, M. C., B. Giménez, M. E. López-Caballero, & M. P. Montero. 2011. Functional and bioactive properties of collagen and gelatin from alternative sources: A review. *Food Hydrocolloids*, 25: 1813-1827.
- Haris, M. A. 2008. Pemanfaatan Limbah Tulang Ikan Nila (*Oreochromis niloticus*) sebagai Gelatin dan Pengaruh Lama Penyimpanan pada Suhu Ruang (skripsi). Bogor: Departemen Teknologi Hasil Perairan, Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan, IPB.
- Hinterwaldner, R. 1977. Raw material. In: Ward AG and Courts A, editor. The Science and Technology of Gelatin. New York: Academic Press.
- Jamilah, B., M. U. Hartina, D. M. Hashim, & A. Q. Sazili. 2013. Properties of collagen from barramundi (*Lates calcarifer*) skin. *International Food Research Journal* 20(2): 835-842.
- Jaswir, I., H. A. Monsur, & H. M. Salleh. 2011. Nano-structural analysis of fish collagen extracts for new process development. *African Journal of Biotechnology* 10(81): 18847-18854.
- Kittiphattanabawon, P., S. Benjakul, W. Visessanguan, T. Nagai, & M. Tanaka. 2005. Characterisation of acid-soluble collagen from skin and bone of bigeye snapper (*Priacanthus tayenus*). *Food Chemistry*, 89:363–372.
- Kittiphattanabawon, P., S. Benjakul, W. Visessanguan, H. Kishimura, & F. Shahidi. 2010a. Isolation and characterisation of collagen from the skin of

- brownbanded bamboo shark (*Chiloscyllium punctatum*). Food Chemistry, 119:1519-1526.
- Kittiphattanabawon, P., S. Benjakul, W. Visessanguan, & F. Shahidi. 2010b. Isolation and characterization of collagen from the cartilages of brownbanded bamboo shark (*Chiloscyllium punctatum*) and blacktip shark (*Carcharhinus limbatus*). Food Science and Technology, 43: 792–800.
- Kolodziejska, I., E. Skierka, M. Sadowska, W. Kolodziejski, & C. Niecikowska. 2008. Effect of extracting time and temperature on yield of gelatin from different fish offal. Food Chemistry, 107: 700-706.
- Kumar, M. H., V. Spandana, & T. Poonam. 2011. Extractoin and determination of collagen peptide and its clinical importance from tilapia fish scales (*Oreochromis niloticus*). International Research Journal of Pharmacy, 2(10): 97-99.
- Lee, C. H., A. Singla, & Y. Lee. 2001. Biomedical applications of collagen. Int. J. Pharm., 221: 1-22.
- Liu, D., G. Wei, T. Li, J. Hu, N. Lu, J. M. Regenstein, & P. Zhou. 2015. Effects of alkaline pretreatments and acid extraction conditions on the acidsoluble collagen from grass carp (*Ctenopharyngodon idella*) skin. Food Chemistry, 172: 836-843.
- Matmaroh, K., S. Benjakul, Prodpran, A.B. Encarnacion, & H. Kishimura. 2011. Characteristics of acid soluble collagen and pepsin soluble collagen from scale of spotted golden goatfish (*Parupeneus heptacanthus*). Food Chemistry, 129: 1179-1186.
- Nagai, T. & N. Suzuki. 2000. Isolation of collagen from fish waste material - skin, bone and fins. Food Chemistry, 68: 277-281.
- Nalinanon, S., S. Benjakul, & W. Visessanguan. 2008. Improvement of gelatin extraction from bigeye snapper skin using pepsin-aided process in combination with protease inhibitor. Food Hydrocolloids, 22: 615–622.
- Peng, Y., V. Glattauer, J. A. Werkmeister, & J. A. M. Ramshaw. 2004. Evaluation for collagen products for cosmetic application. J. Cosmestic Sci., 55: 327-341.
- Shon, J., E. Ji-Hyun, S.J. Hwang, & E. Jongbang. 2011. Effect of processing conditions on functional properties of collagen powder from Skate (*Raja kenoje*) skins. Food Sci. Biotechnol., 20 (1): 99-106.
- Simanjuntak, B. R. 2013. Pengolahan Kolagen dari Kulit Ikan Nila Merah di Balai Besar Penelitian dan Pengembangan Pengolahan Produk dan Bioteknologi Kelautan dan Perikanan. Jurusan Perikanan. Fakultas Pertanian. Universitas Gadjah Mada. Yogyakarta.
- Sugihartono, Y. Erwanto, & R. Wahyuningsih. 2019. Kolagen dan Gelatin untuk Industri Pangan dan Kesehatan. Yogyakarta: Lily Publisher.
- Tabarestani, S. H., Y. Maghsoudlou, A. Motamedzadegan, S. A. R. Mahoonak, & H. Rostamzad. 2012. Study on some properties of acid-soluble collagens isolated from fish skin and bones of rainbow trout (*Onchorhynchus mykiss*). Int. Food Res. J., 19 (1): 251-257.

- Yoshimura, K., M. Terashima, D. Hozan, & K. Shirai. 2000. Preparation and dynamic viscoelasticity characterization of alkali-solubilized collagen from shark skin. *J. Agric. Food Chemistry*, 48: 685-690.
- Zhang, M., W. Liu, & G. Li. 2009. Isolation and characterisation of collagens from the skin of largefin longbarbel catfish (*Mystus macropterus*). *Food Chemistry*, 115: 825-831.
- Zhou, P. & J. M. Regenstein. 2005. Effects of alkaline and acid pretreatments on alaska pollock skin gelatin extraction. *J. Food Sci.*, 70(6): 392-396.

VI. FORMULASI DAN EVALUASI FISIK SEDIAAN GEL MASKER *PEEL OFF* KOLAGEN KULIT IKAN BARAKUDA (*Sphyraena jello*) SEBAGAI GEL PERAWATAN KULIT WAJAH

ABSTRAK

Kolagen yang banyak beredar di pasaran dibuat dari bahan baku jaringan kulit dan tulang sapi ataupun babi. Kulit ikan barakuda adalah bahan baku alternatif yang potensial untuk digunakan sebagai sumber kolagen yang aman dan dapat diterima oleh semua kalangan masyarakat. Dalam bidang kosmetik, kolagen digunakan sebagai bahan aktif pada produk perawatan kulit yang berfungsi membersihkan kulit, meningkatkan kelembaban kulit, mencegah keriput, menjaga kulit dari pengaruh buruk radiasi, dan menjaga elastisitas kulit. Kolagen kulit ikan barakuda digunakan sebagai bahan aktif dalam masker *peel off*. Penelitian ini bertujuan untuk memformulasi dan mengevaluasi karakteristik fisik sediaan gel masker *peel off* kolagen kulit ikan barakuda (*S. jello*). Masker gel *peel off* dalam penelitian ini dibuat dalam tujuh formula dengan variasi konsentrasi kolagen kulit ikan barakuda masing-masing sebesar F1 0,3%; F2 0,6%; F3 0,9%; F4 1,2%; F5 1,5%; F6 1,8%; dan F0 atau blangko berupa basis masker *peel off*. Evaluasi sediaan gel masker *peel off* meliputi uji organoleptis, pH, homogenitas, viskositas, waktu mengering, daya lekat, dan daya sebar. Sediaan gel masker *peel off* yang dihasilkan secara organoleptis memiliki konsistensi kental, tidak berbau, teksturnya lembut, dan berwarna kuning kecoklatan lebih muda untuk formula yang mengandung kolagen kulit ikan barakuda, tidak berwarna (bening) untuk formula tanpa kolagen kulit ikan barakuda. Ketujuh sediaan memiliki homogenitas yang baik, pH 5,02 - 6,00, viscositas 13.000 - 20.000 cPs, waktu mengering 26,07 - 17,44 menit, daya lekat 04,15 - 20,42 detik, dan daya sebar 6,76 - 5,26 cm. Semua sediaan gel masker *peel off* yang dihasilkan memiliki karakteristik yang baik.

Kata kunci: Formulasi, evaluasi fisik, gel masker *peel off*, kolagen, kulit ikan barakuda

VI. FORMULATION AND PHYSICAL EVALUATION OF COLLAGEN *PEEL OFF* MASK PREPARATION OF BARRACUDA FISH (*Sphyraena jello*) AS FACIAL GEL TREATMENT

ABSTRACT

Collagen which is widely circulated in the market is made from raw materials of skin and bone tissue of cows or pigs. Barracuda fish skin is a potential alternative raw material to be used as a source of collagen that is safe and acceptable to all people. In the cosmetic field, collagen is used as an active ingredient in skin care products which functions to clean the skin, increase skin moisture, prevent wrinkles, protect the skin from harmful effects of radiation, and maintain skin elasticity. Barracuda fish skin collagen can be used as an active ingredient in a peel off mask. This study aimed to formulate and evaluate the physical characteristics of collagen peel off mask gel preparation of barracuda

fish (*S.-jello*) skin. The peel off gel mask in this study was made in seven formulas with variations in the concentration of barracuda fish skin collagen, respectively F1 0.3%; F2 0.6%; F3 0.9%; F4 1.2%; F5 1.5%; F6 1.8%; and F0 or blank in the form of a peel off mask base. Evaluation of the peel off gel mask preparation included organoleptic tests, pH, homogeneity, viscosity, drying time, adhesion, and dispersibility. The peel off mask gel preparation produced organoleptically has a thick consistency, odorless, soft texture, and a lighter brownish yellow color for formulas containing barracuda fish skin collagen, colorless (clear) for formulas without barracuda fish skin collagen. The seven preparations of the peel off gel mask preparation produced had good characteristics.

Keywords: Formulation, physical evaluation, peel off gel mask, collagen, barracuda skin

A. Pendahuluan

Masker wajah *peel off* adalah salah satu kosmetika yang umum digunakan dengan manfaat antara lain membersihkan, merilekskan otot wajah, melembutkan, menyegarkan, dan melembabkan kulit wajah. Karakteristik fisik masker *peel off* dipengaruhi oleh komposisi bahan-bahan dalam formulasinya (Viera, 2009). Masker wajah *peel off* memiliki kelebihan yaitu praktis dalam penggunaannya dan setelah kering dapat dengan mudah diangkat atau dilepaskan (sebutannya sebagai *peel off*) tanpa perlu dibilas. Masker *peel off* juga memiliki efek yaitu bahan aktif dalam masker dapat lebih lama berinteraksi dengan kulit wajah. Menurut Balsam (1975), masker *peel off* berperan mengangkat sel kulit mati, kotoran dan minyak berlebih, agar kulit wajah menjadi bersih, segar, dan cerah. Masker ini mampu mengembalikan kesegaran, kelembutan, dan kecerahan kulit, bahkan dengan pemakaian teratur dapat mengurangi tanda-tanda penuaan dini seperti garis-garis halus atau kerutan kulit wajah.

Masker sebagai sediaan untuk perawatan kulit wajah, dapat berupa gel, serbuk, dan pasta. Masker wajah memiliki fungsi sebagai pembawa bahan aktif yang bermanfaat untuk kesehatan kulit. Bahan aktif yang digunakan dapat berupa bahan alam seperti ekstrak tumbuhan, hewan, rumput laut, dan minyak essensia yang dapat diserap oleh permukaan kulit lalu dibawa ke sirkulasi darah (Novita, 2009). Kualitas atau karakteristik fisik masker *peel off* dipengaruhi oleh komposisi bahan-bahan yang digunakan. Polivinil alkohol (PVA) dengan rentang konsentrasi 10 - 16% berfungsi sebagai pembentuk lapisan film masker *peel off*. Karbopol 940 sebagai *gelling agent* dan peningkat viskositas digunakan dengan konsentrasi sebesar 0,5 - 2% (Rowe et al., 2009).

Pemanfaatan bahan alam sebagai bahan aktif mempunyai efek samping yang lebih kecil dibandingkan obat yang mengandung bahan kimia. Kolagen memiliki sifat biologis yang berpotensi besar digunakan dalam kosmetik, farmasi, dan bidang klinis. Kolagen paling banyak digunakan sebagai bahan kosmetik karena sesuai standar yaitu biokompatibilitasnya yang tinggi dengan tubuh manusia. Kolagen mampu meregenerasi kulit dan *biodegradable*. Sifat-sifat kolagen ini mendukung pengembangan bidang kosmetik, antara lain krim, gel, pelembab kulit, antipenuaan, antikerut, pelindung radiasi UV, dan penyembuhan luka. Pengaplikasian kolagen dapat mengurangi kehilangan air transdermal dan melindungi kulit dari unsur korosif (Rodriguez, 2017).

Kolagen berperan sebagai struktur organik pembangun tulang, otot, sendi, gigi, dan kulit pada tubuh manusia. Usia 25 tahun ke atas produksi kolagen menurun. Secara alamiah sedikitnya 1% kolagen hilang setiap tahun sehingga pada usia 30 tahun manusia kehilangan kolagen sekitar 15 - 20% dan saat usia 40 tahun kolagen yang hilang mencapai 35 - 40% karena tubuh manusia tidak lagi memproduksi kolagen. Berkurangnya jumlah kolagen berkaitan dengan hormon estrogen yang berperan mengubah fibroblas menjadi kolagen. Kerusakan kolagen pada kulit dapat disebabkan oleh paparan radiasi UV-A dan UV-B dari sinar matahari. Produksi dan jumlah kandungan kolagen dalam tubuh manusia semakin menurun dengan bertambahnya usia (Draeos & Thaman, 2006). Penurunan jumlah kandungan kolagen pada kulit mengakibatkan wajah terlihat tua, berkerut, kering, dan tidak bercahaya. Paparan radiasi ultraviolet yang berlebihan dapat menyebabkan terbentuknya radikal bebas dan munculnya enzim proteolitik. Enzim proteolitik dapat memecah kolagen dan jaringan penghubung atau serat elastin di bawah kulit yang menyebabkan kerusakan kulit (Peranginangin et al., 2014). Salah satu bentuk inovasi yang dilakukan untuk mengurangi dampak negatif tersebut yaitu aplikasi kolagen dalam berbagai produk kosmetik, seperti masker.

Secchi (2008) mengemukakan bahwa kolagen adalah protein alami dengan berat molekul yang tinggi, memiliki sifat pembentuk film atau lapisan lebih cocok dalam aplikasi perawatan kulit. Kolagen memberikan efek kulit yang halus dan lembut karena kemampuannya membentuk lapisan koloid secara terus menerus pada permukaan kulit. Swatschek (2002), kolagen digunakan sebagai pelembab dalam krim kosmetik. Kolagen dapat meningkatkan penyerapan air dan mengikatnya di lapisan stratum korneum. Kolagen dapat mempertahankan

kelembaban kulit dan memiliki polimer pembentuk film yang sangat baik dalam kosmetik

Kolagen yang beredar di pasaran dunia kebanyakan bersumber dari kulit maupun tulang sapi dan babi. Kekhawatiran pengguna kolagen meningkat seiring merebaknya isu penyakit sapi gila yang bisa membahayakan kesehatan. Kehalalan dari produk kosmetik berbahan baku kolagen dari babi juga menjadi masalah bagi konsumen beragama Islam. Demikian halnya dengan kolagen yang bersumber dari unggas yaitu merebaknya isu penyakit unggas yang dikenal dengan istilah flu burung (*avian influenza*) juga menjadi kendala dalam pemanfaatan kolagen yang berbahan baku unggas. Berdasarkan hal tersebut, sumber alternatif bahan baku kolagen yang aman dan dapat diterima oleh semua kalangan perlu dikembangkan.

Khasiat yang terdapat pada kolagen khususnya kolagen dari kulit ikan barakuda ini berpotensi dalam pengembangan menjadi suatu sediaan kosmetik yaitu sediaan gel masker *peel off*. Berdasarkan latar belakang di atas, maka perlu dilakukan penelitian untuk menganalisis karakteristik fisik masker *peel off* kolagen kulit ikan barakuda dengan konsentrasi bervariasi. Analisis karakteristik fisik sediaan gel masker *peel off* menjadi gambaran kualitas dari suatu sediaan.

B. Bahan dan Metode Penelitian

Sediaan gel masker *peel off* dibuat menggunakan kolagen kulit ikan barakuda sebagai bahan aktif. Bahan yang digunakan terdiri atas polivinil alkohol (PVA), carbopol 940, gliserin, dimethyloldimethyl hydantoin (DMDM Hydantoin), trietanolamin (TEA), dan akuades bebas CO₂.

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah sentrifuge merek PLC series, disolusi *tester* merek Electrolab, *homogenizer* merek Ultraturax, oven merek Memmert, *hot plate stirrer* merek Thermo Scientific, pH meter merek PL 700 PC, rotavapor merek Buchi, *shive shaker* merek B-one, spektrofotometer UV-Vis merek Shimadzu corp., viskometer merek Brookfield, *vortex mixer* merek Velp Scientifica, neraca analitik merek Mettler Toledo, dan alat-alat gelas merek Iwaki/Pyrex.

Penelitian ini dilakukan pada bulan Maret – Agustus 2020 di Laboratorium Penelitian Sekolah Tinggi Ilmu Farmasi (STIFA) Makassar. Metode penelitian yang digunakan ialah eksperimen, yaitu penelitian yang dilakukan secara terencana dan secara sistematis dengan melakukan suatu percobaan yang

berhubungan dengan persoalan yang sedang diteliti (Sudjana, 2005). Eksperimen yang dilakukan adalah formulasi masker *peel off* dengan membuat tujuh formula berbeda yaitu variasi konsentrasi kolagen kulit ikan barakuda sebagai bahan aktif dan menggunakan bahan tambahan yang sesuai yang bertujuan untuk melihat konsentrasi sediaan yang memenuhi syarat uji evaluasi fisik sediaan sebagai perawatan kulit wajah.

1. Pembuatan sediaan gel masker *peel off*

Pembuatan sediaan gel masker *peel off* dimulai dengan cara PVA dihaluskan kemudian dikembangkan dalam akuades panas suhu 90°C, dilakukan pengadukan hingga mengembang sempurna membentuk gel PVA yang homogen (wadah A). Dikembangkan pula carbopol 940 dalam akuades yang sudah melalui pemanasan lalu diletakkan hingga dingin. Carbopol 940 dikembangkan dalam akuades dingin selama 24 jam hingga mengembang (wadah B). Bahan dalam wadah B dimasukkan ke dalam wadah A yang berisi PVA dan diaduk hingga homogeny, kemudian didinginkan hingga mencapai suhu 40°C lalu dimasukkan gliserin, DMDM, TEA yang diaduk hingga tercampur homogen. Setelah itu ditambahkan kolagen kulit ikan barakuda yang sebelumnya telah dilarutkan dalam akuades sedikit demi sedikit sambil diaduk hingga tercampur sempurna. Akuades ditambahkan hingga mencapai 100 mL kemudian diaduk kembali sampai homogen (Hanan & Puji, 2018). Formulasi sediaan gel masker *peel off* kolagen kulit ikan barakuda pada Tabel 7.

Langkah pembuatan akuades bebas CO₂, yaitu akuades dididihkan selama 5 menit (terhitung dimulai saat air mendidih), kemudian ditutup dengan aluminium foil, dicegah hubungan dengan udara semaksimal mungkin. Didinginkan tanpa membuka penutup dan segera digunakan (Depkes RI, 2014).

Tabel 7. Formulasi sediaan gel masker *peel off* kolagen kulit ikan barakuda (*Sphyaena jello*)

Bahan	Formula (b/v)							Fungsi	Per-syarat-an
	F0	F1	F2	F3	F4	F5	F6		
Kolagen	0	0,3	0,6	0,9	1,2	1,5	1,8	Zat aktif	-
Polivinil alkohol (PVA)	10	10	10	10	10	10	10	Peningkat viskositas	10 - 16%
Carbopol 940	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	Peningkat viskositas	0,5-2%
Gliserin	15	15	15	15	15	15	15	Humektan	2-15%
Dimethyloldimethyl hydantoin (DMDM Hydantoin)	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	Pengawet	0,1-1%
Trietanolamin (TEA)	2	2	2	2	2	2	2	Stabilizer agent	2-4%
Akuades bebas CO ₂	Ad 100	Ad1 00	Ad1 00	Ad 100	Ad 100	Ad 100	Ad 100	Pelarut	-

2. Evaluasi fisik sediaan gel masker *peel off*

a. Pengamatan organoleptis

Uji organoleptis dilakukan dengan melihat warna, mencium bau, dan konsistensi (tekstur) dari sediaan gel masker *peel off*. Pengujian organoleptis masker *peel off* dilakukan pada tujuh orang panelis yang menilai dan mengisi evaluasi organoleptis.

b. Pengujian homogenitas

Sejumlah tertentu sediaan dioleskan pada sekeping kaca atau bahan transparan lain yang sesuai. Sediaan harus menunjukkan susunan yang homogen dan tidak terlihat adanya butiran kasar (Ditjen POM, 1979).

Pengujian homogenitas dilakukan secara visual melalui pengamatan dengan mata telanjang dan sediaan masker *peel off* diraba. Syarat homogenitas adalah tidak boleh mengandung bahan kasar yang bisa diraba (Tranggono & Latifah, 2007).

c. Pengukuran pH

Pengukuran pH sediaan gel masker *peel off* dilakukan dengan cara mencelupkan elektroda dari pH-meter ke dalam setiap formula, ditunggu hingga layar pada pH-meter menunjukkan angka yang stabil. Alat pH meter yang sebelumnya telah dikalibrasi dengan dapar standar (pH 4 dan pH 7). Derajat keasaman sediaan harus disesuaikan dengan pH kulit (4,5 - 6,5) (Tranggono & Latifah, 2007). Pengujian pH dilakukan sebanyak tiga kali replikasi.

d. Pengujian viskositas

Pengujian viskositas dengan menggunakan viskometer dilakukan dengan menempatkan sejumlah sampel dalam viskometer. Ukuran *spindle* dan kecepatan putaran yang akan digunakan diatur, lalu alat dinyalakan, dan viskositas dari sediaan masker *peel off* akan terbaca (Septiani et al., 2011). Menurut Chandira et al. (2010) viskositas preparasi gel *peel off* mask harus berkisar antara 7100 - 83144 cps. Pengujian viskositas dilakukan sebanyak tiga kali replikasi.

e. Pengujian waktu sediaan mengering

Pengujian waktu sediaan mengering dilakukan dengan mengoleskan 1 g sampel pada kulit dengan panjang 7 cm dan lebar 7 cm. Waktu mengering gel dihitung dari saat mulai hingga sediaan membentuk lapisan film atau mengering yang dapat dikelupas dari permukaan kulit dengan menggunakan *stop watch* (Rahmawanty et al., 2015). Viera et al. (2009) menyatakan bahwa ketentuan

waktu sediaan mengering tidak lebih dari 30 menit. Pengujian waktu sediaan mengering dilakukan sebanyak tiga kali replikasi.

f. Pengujian daya lekat

Pengujian daya lekat dilakukan dengan cara yaitu sebanyak 0,5 g sediaan masker *peel off* diletakkan pada kaca objek. Kaca objek yang lain diletakkan di atas sediaan masker wajah *peel off*, pada kaca objek diletakkan sebesar 1 g ditunggu selama 5 menit. Kaca objek dipasang pada alat uji yang telah dirangkai, digantungkan beban pada bagian kirinya sebesar 50 g kemudian beban dilepaskan dan dicatat waktu yang diperlukan hingga kedua kaca objek tersebut terlepas. Daya lekat sediaan yang baik adalah lebih dari 4 detik (Susanti & Kusmiyarsih, 2011). Pengujian daya lekat dilakukan sebanyak tiga kali replikasi.

g. Pengujian daya sebar

Sebanyak 0,5 g sediaan masker *peel off* diletakkan di atas kaca berukuran 20 cm x 20 cm. Selanjutnya ditutupi dengan kaca yang lain dengan ukuran yang sama dan diletakkan pemberat di atasnya hingga bobot mencapai 150 g dan kemudian diukur diameter setelah didiamkan setelah 1 menit. Ketentuan daya sebar yang sesuai untuk kulit wajah berkisar antara 5 - 7 cm (Yuliani, 2010). Pengujian daya sebar dilakukan sebanyak tiga kali replikasi.

C. Analisis Data

Data yang diperoleh pada evaluasi fisik (pengamatan organoleptis, pengamatan homogenitas, pengujian pH, pengujian viskositas, pengujian waktu sediaan mengering, pengujian daya lekat dan pengujian daya sebar sediaan gel masker *peel off*) yang diperoleh, lalu ditentukan nilai rata-ratanya dan disajikan dalam bentuk tabel dan grafik. Selanjutnya data dianalisis secara deskriptif dan dinarasikan.

D. Hasil dan Pembahasan

1. Formulasi sediaan gel masker *peel off*

Masker sebagai *deep cleansing* adalah salah satu pembersih kulit wajah yang efektif digunakan untuk membersihkan kotoran yang menempel pada lapisan kulit wajah dan mengangkat sel-sel kulit mati (Martin et al., 1993). Morris (1993) menyatakan bahwa masker *peel off* merupakan sediaan kosmetik perawatan wajah yang berbentuk gel dan setelah diaplikasikan ke kulit dalam

waktu tertentu segera akan mengering. Sediaan ini akan membentuk lapisan film transparan yang elastis, sehingga dapat dikelupaskan.

Masker *peel off* memiliki beberapa kelebihan antara lain menjaga keremajaan kulit, melembutkan dan meningkatkan elastisitas kulit, mengangkat kulit mati, menghilangkan kotoran dan kekusaman kulit, memiliki viskositas yang tinggi, lapisan gel yang lebih fleksibel, dan tidak lengket. Penggunaan sediaan masker wajah *peel off* lebih praktis dalam penggunaannya karena tidak menimbulkan rasa sakit, gel cepat kering dan saat gel mengering dapat dibersihkan dengan cara mengangkat lapisan gel dari kulit tanpa menggunakan air (Hary et al., 1982).

Formulasi sediaan adalah paduan bahan atau proses suatu sediaan yang siap digunakan pada bagian luar badan. Kolagen dijadikan sebagai bahan baku untuk pembuatan masker *peel off*. Bahan-bahan yang digunakan memenuhi standar batas konsentrasi untuk penggunaan sediaan kosmetik.

Formula masker *peel off* kolagen kulit ikan barakuda yang dibuat tujuh formula dengan variasi kolagen kulit ikan barakuda sebagai zat aktif yaitu F0 (0%); F1 (0,3%); F2 (0,6%); F3 (0,9%); F4 (1,2%); F5 (1,5%) dan F6 (1,8%). Untuk mendapatkan sediaan yang baik, dibutuhkan bahan tambahan dalam memformulasi masker *peel off* kolagen kulit ikan barakuda, yaitu: polivinil alkohol (PVA) sebagai peningkat viskositas, carbopol 940 sebagai peningkat viskositas, gliserin sebagai humektan, trietanolamin (TEA) sebagai stabilizer, dimethyloldimethyl hydantoin (DMDM hydantoin) sebagai pengawet dan akuades sebagai pelarut.

Penggunaan kolagen sebagai bahan aktif juga memiliki kemampuan membentuk film yang elastis ketika kontak dengan kulit wajah, sehingga akan mempermudah proses pengelupasan dan membentuk gel yang baik jika dikombinasikan dengan bahan peningkat viskositas seperti PVA dan carbopol 940. Gliserin berfungsi sebagai humektan yang memiliki kemampuan untuk mengikat air, sehingga wajah menjadi tetap lembab dan tidak kering. Gliserin dalam gel sediaan masker *peel off* bersifat higroskopis dengan afinitas yang tinggi untuk menarik dan menahan molekul air sehingga akan menjaga kestabilan dengan cara mengabsorpsi lembab dari lingkungan dan mengurangi penguapan air dari sediaan.

Sediaan gel masker *peel off* diformulasikan dengan menambahkan bahan aktif kolagen kulit ikan barakuda masing-masing dengan konsentrasi F0 (0%);

F1 (0,3%); F2 (0,6%); F3 (0,9%); F4 (1,2%); F5 (1,5%) dan F6 (1,8%). Tahap optimasi formulasi masker *peel off* dilakukan untuk mendapatkan formula yang memenuhi persyaratan farmasetika dengan penambahan kolagen kulit barakuda sebagai bahan aktif pada formula tersebut. Penggunaan PVA karena kemampuannya membentuk film yang elastis saat berkontak dengan kulit, mempermudah saat pengelupasan, dan terbentuk gel yang baik dan jernih jika dikombinasikan dengan karbopol 940. Polivinil alkohol dan carbopor 940 dalam formula berfungsi sebagai pembentuk film yang dapat membentuk lapisan hidrogel. Lapisan gel ini dapat mengering dan dilepas atau dikelupas dari permukaan kulit. Saat akan mengering ini bahan aktif dari masker *peel off* akan terdesak keluar dari matriks gel dan berkontak dengan permukaan kulit. Gliserin sebagai humektan berfungsi untuk mencegah terjadinya pengeringan dalam sediaan dan dapat memengaruhi peningkatan daya sebar. Menurut Karmilah & Rusli (2018), gliserin berfungsi sebagai humektan yang mampu mengikat air sehingga wajah tetap lembab dan tidak kering. Gliserin dalam sediaan gel masker *peel off* bersifat higroskopis, afinitasnya tinggi, dapat menarik dan menahan molekul air sehingga kestabilan terjaga dengan cara mengabsorpsi lembab dari lingkungan dan mengurangi penguapan air dari sediaan.

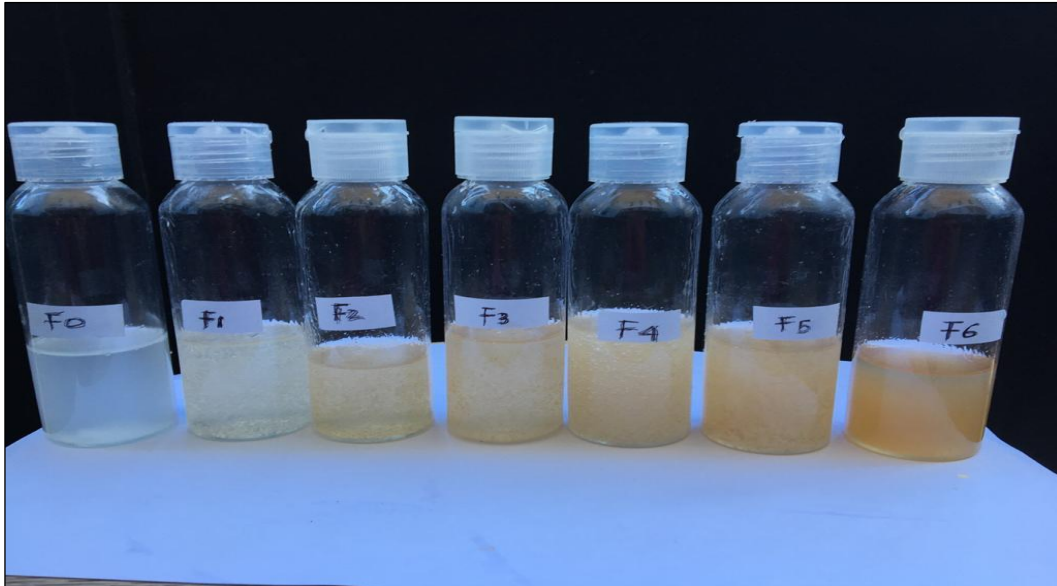
Sediaan gel masker *peel off* yang mengandung kolagen dan air dapat menjadi sumber nutrisi yang baik bagi pertumbuhan mikroorganisme sehingga pada formulasi ditambahkan pengawet. Pengawet yang digunakan adalah dimethyloldimethyl hydantoin (DMDM hydantoin. Pengawet DMDM hydantoin adalah salah satu pengawet yang banyak digunakan dalam industri kosmetik. Pengawet tersebut mempunyai spektrum antimikroba yang luas, cukup stabil dalam rentang pH dan suhu yang luas serta larut dalam air (Schanno et al., 1980). Pengawet DMDM hydantoin melepaskan formaldehid 0,5 - 2% dan konsentrasi efektif yang aman dalam kosmetik sebesar 0,1 - 1% (Bandem & Waskito, 2006), dimana kadar maksimum DMDM hydantoin di Indonesia adalah 0,6% dan kadar maksimum di US adalah 0,2% (Michalun & Dinardo, 2015).

2. Evaluasi sediaan masker *peel off*

Evaluasi atau karakterisasi fisik sediaan gel masker *peel off* bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi konsentrasi kolagen kulit ikan barakuda terhadap sifat fisik sediaan yang meliputi pengamatan organoleptis, pengujian pH, pengujian viskositas, pengujian waktu mengering, pengujian daya lekat dan pengujian daya sebar.

a. Pengamatan organoleptis

Pengamatan organoleptis bertujuan untuk mengetahui warna, bentuk, bau, dan tekstur sediaan gel masker *peel off*. Sediaan formula masker gel *peel off* terdapat pada Gambar 4 dan hasil uji organoleptis panelis terhadap masker *peel off* dapat dilihat pada Tabel 8.



Gambar 4. Sediaan gel masker *peel off* kolagen kulit ikan barakuda

Keterangan: F0 blanko atau basis formula masker *peel off*, F1 formula masker *peel off* dengan kolagen 0,3%, F2 formula masker *peel off* dengan kolagen 0,6%, F3 formula masker *peel off* dengan kolagen 0,9%, F4 formula masker *peel off* dengan kolagen 1,2%, F5 formula masker *peel off* dengan kolagen 1,5% dan F6 formula masker *peel off* dengan kolagen 1,8%.

Tabel 8. Hasil pengamatan organoleptis sediaan gel masker *peel off* kolagen kulit ikan barakuda .

Formula	Bentuk	Warna	Bau	Tekstur
F0	K+	B	Tidak berbau	Lembut
F1	K+	AK	Tidak berbau	Lembut
F2	K+	KC+	Tidak berbau	Lembut
F3	K++	KC+	Tidak berbau	Lembut
F4	K++	KC+	Tidak berbau	Lembut
F5	K+++	KC+	Tidak berbau	Lembut
F6	K+++	KC+	Tidak berbau	Lembut

Keterangan: K+ adalah kental rendah, K++ adalah kental sedang, K+++ adalah kental tinggi, - adalah tidak berbau, B adalah bening, AK adalah agak keruh, KC+ adalah kuning kecoklatan lebih muda, KC+++ adalah kuning kecoklatan lebih tua, L adalah lembut, dan K adalah kasar.

Hasil pengamatan organoleptis pada F1, F2, F3, F4, F5, dan F6 yang mengandung kolagen kulit ikan barakuda yang berwarna kuning kecoklatan lebih

muda, sedangkan formula F0 yang tidak mengandung kolagen kulit ikan barakuda terlihat bening (tidak berwarna). Adapun konsistensi warna yang dihasilkan pada F6 warnanya lebih tua dibandingkan F1, F2, F3, F4, dan F5. Hal ini disebabkan meningkatnya konsentrasi kolagen kulit ikan barakuda yang ditambahkan masker *peel off* yang meningkatkan warna kuning kecoklatan yang dihasilkan, sedangkan F0 yang tidak mengandung kolagen kulit ikan barakuda terlihat bening. Sediaan gel masker *peel off* yang dihasilkan tidak berbau karena digunakannya kolagen kulit ikan barakuda dengan kandungan lemak yang rendah. Selain itu, kandungan protein dan abu atau mineral kolagen kulit ikan barakuda yang digunakan memenuhi standar *cosmetic grade*. Secara umum sediaan gel masker *peel off* yang dihasilkan berwarna kuning kecoklatan lebih muda, berbentuk gel, tidak berbau, dan bertekstur lembut.

b. Pengujian homogenitas

Pengujian homogenitas bertujuan untuk mengamati ada tidaknya partikel kasar pada sediaan. Pengujian homogenitas dilakukan secara visual melalui pengamatan dengan mata telanjang dan sediaan masker *peel off* diraba. Syarat homogenitas adalah tidak boleh mengandung bahan kasar yang bisa diraba (Tranggono & Latifah, 2007). Hasil pengujian homogenitas tercantum pada Tabel 9.

Tabel 9. Hasil pengujian homogenitas sediaan gel masker *peel off* kolagen kulit ikan barakuda

Formula masker <i>peel off</i>	Hasil	Kesimpulan
F0	Tidak terdapat gumpalan	Homogen
F1	Tidak terdapat gumpalan	Homogen
F2	Tidak terdapat gumpalan	Homogen
F3	Tidak terdapat gumpalan	Homogen
F4	Tidak terdapat gumpalan	Homogen
F5	Tidak terdapat gumpalan	Homogen
F6	Tidak terdapat gumpalan	Homogen

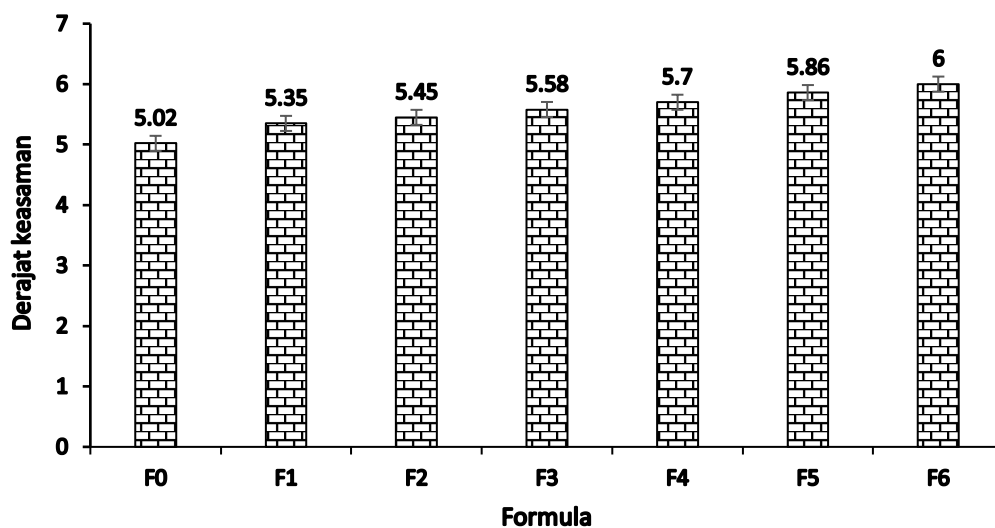
Sejumlah tertentu sediaan jika dioleskan pada sekeping kaca atau bahan transparan lain yang sesuai, sediaan harus menunjukkan susunan yang homogen dan tidak terlihat adanya butiran kasar (Ditjen POM, 1979).

Hasil pengamatan dari ketujuh formula yang dihasilkan merupakan sediaan yang homogen karena tidak terdapat gumpalan atau partikel kasar dalam sediaan gel masker *peel off*. Hal ini menunjukkan bahwa komposisi bahan dalam formula terlarut atau terdispersi homogen. Homogenitas sediaan masker merupakan hal yang penting karena akan memengaruhi aktivitas dari bahan aktif

yang dikandung masker (Cahyani et al., 2017). Homogenitas dalam sediaan akan memengaruhi penyebaran gel dan penyerapan bahan aktif di kulit. Gel harus memiliki homogen, tidak terdapat bahan padat yang mengumpal pada saat dioleskan. Hasil pengujian homogenitas ini terkait dengan hasil pengujian daya sebar yang menunjukkan kemampuan penyebaran yang baik pada sediaan gel masker *peel off*.

c. Pengujian pH

Pengujian pH bertujuan untuk mengetahui nilai pH dari sediaan gel masker *peel off* dan untuk mengetahui kesesuaian pH masker *peel off* dengan pH kulit. Dengan demikian, pengujian pH dilakukan untuk mengetahui tingkat iritasi sediaan saat diaplikasikan pada kulit. Derajat keasaman (pH) yang baik untuk sediaan gel masker *peel off* adalah 4,5 - 6,5 (Zhelsiana et al., 2016). Kurva



data hasil pengujian pH dapat dilihat pada Gambar 5.

Gambar 5. Hasil pengujian derajat keasaman sediaan gel masker *peel off* kolagen kulit ikan barakuda

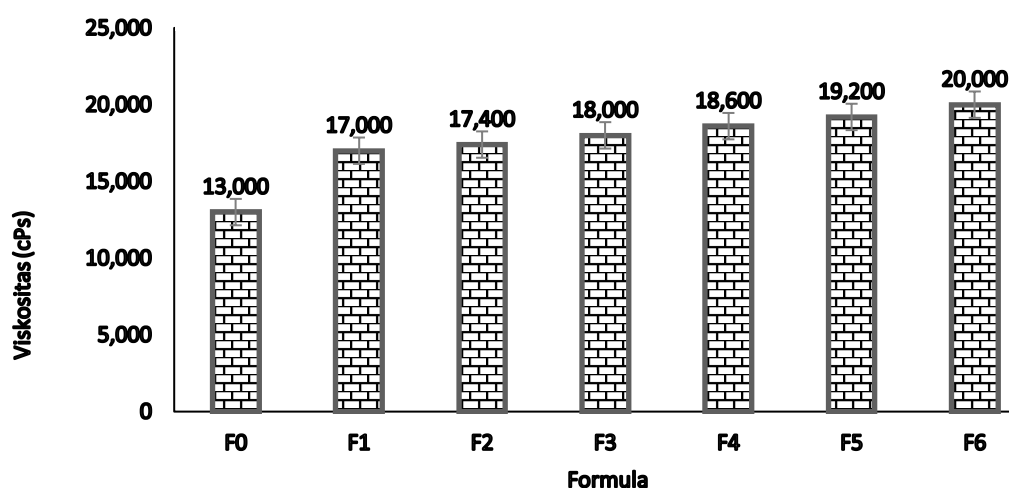
Hasil pengujian pH menunjukkan nilai pH dari ketujuh sediaan masker *peel off* berkisar antara 5,02 - 6,00. Sediaan yang tidak mengandung kolagen kulit ikan barakuda memiliki pH yang lebih asam dibandingkan sediaan yang mengandung kolagen. Hal ini dipengaruhi oleh penambahan kolagen kulit ikan barakuda yang bersifat basa yaitu 6,9. Nilai pH sediaan dipengaruhi oleh bahan yang digunakan dalam formulasi. Hasil uji pH memperlihatkan bahwa peningkatan konsentrasi kolagen berpengaruh terhadap peningkatan pH sediaan

masker *peel off*. Data yang dihasilkan menunjukkan ketujuh formula memenuhi syarat rentang pH yang dapat diterima oleh kulit. Tranggono et al. (2007) menyatakan bahwa sediaan topikal sebaiknya memiliki pH yang sesuai dengan pH kulit yaitu 4,5 - 6,5 karena jika sediaan memiliki pH yang terlalu basa maka dapat menyebabkan kulit menjadi kering dan bersisik, sedangkan jika pH terlalu asam akan menyebabkan iritasi kulit.

d. Pengujian viskositas

Pengujian viskositas sediaan gel masker *peel off* bertujuan untuk mengetahui pengaruh konsentrasi bahan aktif terhadap viskositas sediaan. Pengujian viskositas juga bertujuan untuk mengetahui nilai kekentalan dari suatu sediaan. Semakin tinggi nilai viskositas yang dimiliki sediaan maka semakin besar tahanan sediaan untuk mengalir. Viskositas sediaan perlu dijamin untuk menghasilkan gel yang optimal. Viskositas terlalu rendah pada gel dapat menyebabkan waktu kontak dengan kulit tidak cukup lama sehingga aktivitas bahan aktif tidak optimal. Viskositas yang besar meningkatkan waktu retensi atau waktu kontak pada kulit, tetapi akan menurunkan daya sebar (Garg et al., 2002). Nilai viskositas sediaan gel masker *peel off* yang baik yaitu 7100 – 83144 cps (Chandira et al., 2010).

Nilai viskositas sediaan memengaruhi nilai daya sebar yang dihasilkan. Semakin tinggi viskositas maka daya sebar akan semakin kecil. Sebaliknya, semakin kecil viskositas maka semakin besar nilai daya sebar yang dihasilkan. Adapun kurva data hasil pengujian viskositas dapat dilihat pada Gambar 6.

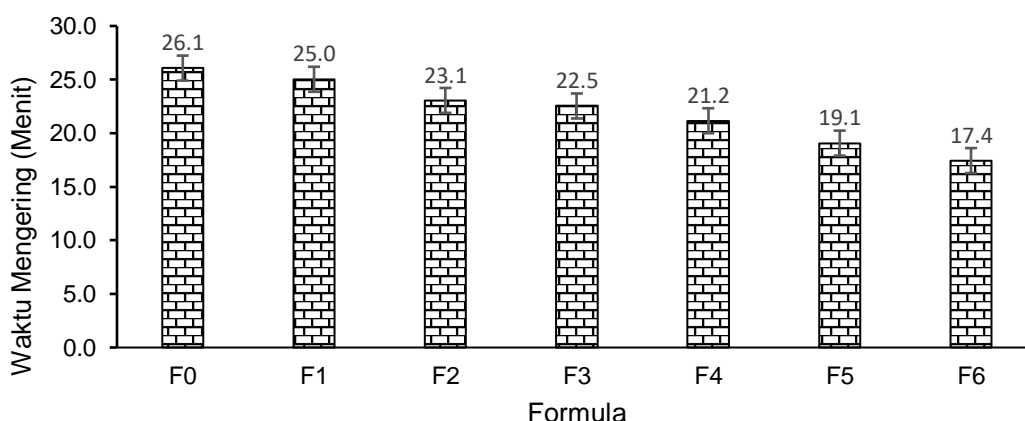


Gambar 6. Hasil pengujian viskositas masker *peel off* kolagen kulit ikan barakuda

Nilai viskositas diperoleh dengan kisaran 13.000 – 20.000 cPs. Sediaan gel masker *peel off* yang dihasilkan ini memiliki nilai viskositas yang baik. Perbedaan nilai viskositas tiap formula dipengaruhi oleh konsentrasi kolagen yang berbeda- beda. Perbedaan kekentalan yang terjadi pada ketujuh sediaan disebabkan karena adanya perbedaan konsentrasi dari kolagen yang digunakan. Pengaruh penambahan konsentrasi kolagen pada tiap formula dengan membandingkan viskositas pada F1 sampai F6 dengan blanko (F0) menunjukkan bahwa pengaruh penambahan konsentrasi bahan aktif pada tiap formula menyebabkan kenaikan viskositas. Berdasarkan hasil pengujian viscositas sediaan gel masker *peel off* diperoleh hubungan semakin tinggi konsentrasi kolagen kulit ikan barakuda dalam formula maka nilai viscositas masker *peel off* semakin meningkat. Penelitian ini sesuai dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh Rahmawanty et al. (2015) yang menyatakan bahwa semakin tinggi konsentrasi gelatin yang digunakan maka semakin kental sediaan yang dihasilkan dan demikian juga sebaliknya. Menurut Yuliani (2010), viskositas dalam sediaan juga dipengaruhi oleh peningkatan konsentrasi humektan dan *gelling agent*.

e. Pengujian waktu mengering

Pengujian waktu mengering dilakukan bertujuan untuk mengetahui berapa lama waktunya sediaan gel masker *peel off* dapat membentuk lapisan film dan mengering saat diaplikasikan di permukaan kulit. Pengujian waktu mengering ini dilakukan karena masker *peel off* diharapkan akan membentuk lapisan film dalam waktu tertentu setelah diaplikasikan. Kurva data hasil pengujian waktu mengering dapat dilihat pada Gambar 7.



Gambar 7 Hasil pengujian waktu mengering sediaan gel masker *peel off* kolagen kulit ikan barakuda

Waktu mengering ketujuh formula masker *peel off* berkisar antara 17,44 - 26,07 menit . Formula yang mengandung kolagen kulit ikan barakuda (F1, F2, F3, F4, F5, dan F6) lebih cepat mengering dibandingkan formula yang tidak mengandung kolagen kulit ikan barakuda (F0).

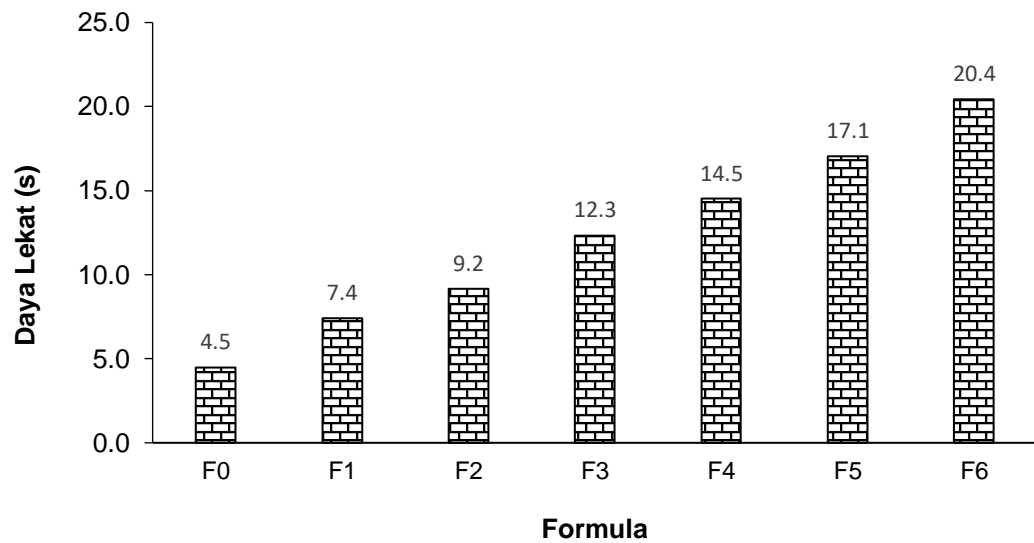
Hasil pengujian waktu mengering menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi kolagen, maka waktu mengeringnya semakin cepat. Hal ini sesuai dengan penelitian Rahmawanty et al. (2015) yang menyatakan bahwa sediaan semakin cepat mengering dengan peningkatan konsentrasi gelatin. Waktu kering yang ideal untuk sediaan gel masker *peel off* yaitu antara 15 - 30 menit (Grace et al., 2015). Menurut Slavtcheff (2000), standar waktu mengering untuk sediaan masker yaitu tidak lebih dari 30 menit sehingga dapat dikatakan bahwa waktu mengering dari setiap formula sediaan memenuhi kriteria atau waktu mengering *peel off* pada semua formula memenuhi waktu kering yang ideal. Peningkatan konsentrasi kolagen dari 0,3% (F1) sampai 1,8% g (F6) dapat mempercepat waktu mengering masker *peel off* karena kolagen dapat berfungsi sebagai pembentuk lapisan (*film forming agent*) (Rowe et al., 2009). Proses pembentukan film akan semakin cepat dengan semakin tingginya konsentrasi kolagen yang menyebabkan sediaan gel masker *peel off* lebih cepat mengering.

Perbedaan lama waktu mengering dari ketujuh sediaan disebabkan karena adanya perbedaan konsentrasi dari kolagen yang digunakan. Semakin tinggi konsentrasi kolagen maka semakin tinggi viskositas sediaan yang dihasilkan. Semakin tinggi viskositas maka semakin sedikit kandungan air yang terdapat dalam sediaan. Semakin sedikit kandungan air yang dimiliki sediaan maka semakin cepat waktu yang dibutuhkan sediaan untuk mengering, demikian juga sebaliknya. Konsentrasi kolagen kulit ikan barakuda yang tinggi akan menurunkan kecepatan waktu mengering karena kemampuan kolagen menarik serta menahan molekul air sehingga viskositas menjadi tinggi dan dapat mengurangi penguapan air dari sediaan.

f. Pengujian daya lekat

Pengujian daya lekat masker *peel off* kolagen kulit ikan barakuda dilakukan bertujuan untuk mengetahui seberapa lama kontakannya dengan permukaan kulit. Pengujian daya lekat pada sediaan dinyatakan baik dan dapat berfungsi secara maksimal jika memiliki kemampuan daya lekat yang besar. Rata-rata waktu daya lekat yang diperoleh dari hasil uji yaitu 04,15 – 20,42 detik.

Kurva data hasil pengujian daya lekat sediaan gel masker *peel off* dapat dilihat pada Gambar 8.



Gambar 8. Hasil pengujian daya lekat sediaan gel masker *peel off* kolagen kulit ikan barakuda

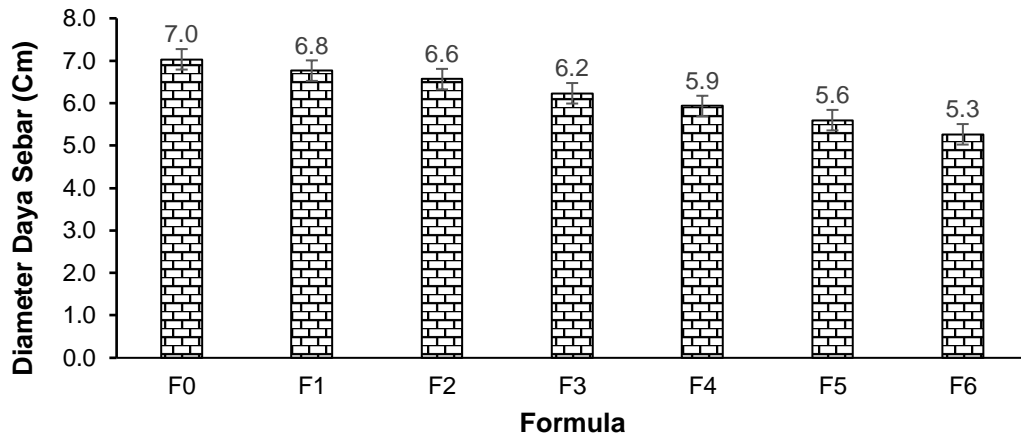
Formula 6 (F6) memiliki daya lekat yang paling lama dan formula blanko (F0) memiliki daya lekat yang paling singkat atau pendek. Hal ini berkaitan dengan viskositas sediaan. Semakin tinggi konsentrasi kolagen maka viskositas sediaan *peel off* semakin meningkat sehingga konsistensinya lebih kental dan daya lekatnya menjadi tinggi.

Konsentrasi kolagen kulit ikan barakuda yang berbeda akan memengaruhi kemampuan daya lekat. Semakin tinggi konsentrasi kolagen kulit ikan barakuda yang digunakan, maka viskositas sediaan masker *peel off* akan menjadi tinggi sehingga daya lekatnya akan semakin lama. Penelitian Rahmawanty et al. (2015) menyatakan bahwa konsentrasi gelatin yang meningkat akan meningkatkan daya lekat. Hal ini disebabkan oleh viskositas sediaan yang meningkat. Daya lekat yang baik untuk sediaan gel masker *peel off* yaitu lebih dari 4 detik (Voigt, 1994). Ketujuh formula sediaan gel masker *peel off* yang dihasilkan memenuhi syarat daya lekat yang baik.

g. Pengujian daya sebar

Pengujian daya sebar bertujuan untuk mengetahui kemampuan penyebaran masker *peel off* saat diaplikasikan ke kulit. Gel yang baik membutuhkan waktu yang lebih sedikit untuk tersebar dan akan memiliki nilai daya sebar yang tinggi (Sulastri, 2016). Menurut Shai et al. (2009), sediaan gel

yang baik hanya memerlukan waktu yang singkat untuk menyebar dan memiliki nilai daya sebar yang tinggi. Nilai daya sebar yang diinginkan untuk sediaan topikal adalah antara 5,0 - 7,0 cm (Garg et al., 2002). Kurva data hasil pengujian daya sebar ditampilkan pada Gambar 9. Luas daya sebar ketujuh formula berkisar antara 5,26 – 7,03 cm.



Gambar 9. Hasil pengujian daya sebar sediaan gel masker *peel off* kolagen kulit ikan barakuda

Hasil pengujian daya sebar sediaan gel masker *peel off* memperlihatkan bahwa formula blanko (F0) memiliki daya sebar gel yang paling besar dan formula 6 (F6) memiliki daya sebar gel yang sedikit. Hasil pengujian daya sebar diperoleh dapat dinyatakan bahwa semakin meningkatnya penggunaan kolagen kulit ikan barakuda dalam sediaan maka daya sebar masker *peel off* akan berkurang. Hasil pengukuran daya sebar pada semua sediaan menunjukkan daya sebar yang baik dan memenuhi persyaratan. Kolagen sebagai bahan aktif yang digunakan bersifat mengikat air, sehingga semakin tinggi konsentrasi bahan aktif ini, maka konsistensinya semakin kental sehingga daya sebar sediaan semakin rendah. Penurunan daya sebar terjadi melalui meningkatnya ukuran unit molekul karena telah mengabsorpsi pelarut hingga cairan tersebut tertahan untuk mengalir dan menyebar. Viskositas suatu sediaan berpengaruh pada luas penyebarannya. Semakin tinggi viskositas maka nilai daya sebar sediaan yang dihasilkan semakin kecil. Sulastri et al. (2016) menyatakan bahwa penurunan daya sebar pada sediaan dipengaruhi oleh nilai viskositas yang dihasilkan. Semakin kecil viskositas maka semakin besar nilai daya sebar. Sebaliknya semakin tinggi viskositas maka daya sebar akan semakin kecil.

Perbedaan nilai daya sebar dari ketujuh sediaan disebabkan karena adanya perbedaan konsentrasi dari kolagen yang digunakan. Penggunaan kolagen dapat juga berfungsi sebagai *gelling agent* yang dapat memengaruhi viskositas sediaan, sedangkan viskositas dapat memengaruhi daya sebar sediaan. Madan & Singh (2010) menyatakan bahwa viskositas adalah salah satu faktor yang dapat memengaruhi parameter daya sebar dan pelepasan bahan aktif dari gel. Menurut Wylie (1992), hubungan yang terjadi antara viskositas dan daya sebar disebabkan oleh adanya gaya kohesi antarpartikel dalam zat cair. Semakin tinggi viskositas maka semakin tinggi pula gaya kohesi dalam sediaan tersebut. Semakin tinggi gaya kohesi yang terjadi maka waktu yang dibutuhkan sediaan untuk menyebar juga semakin tinggi sehingga daya sebar semakin kecil.

E. Kesimpulan

Penambahan bahan aktif kolagen kulit ikan barakuda dengan konsentrasi yang berbeda memberikan hasil karakteristik fisik sediaan gel masker *peel off* pada nilai organoleptis, homogenitas, pH, viskositas, waktu sediaan mengering, daya lekat, dan daya sebar memenuhi standar masker *peel off* yang baik.

DAFTAR PUSTAKA

- Balsam, M. S. & E. Saragin. 1975. *Cosmetics Science and Technology*, Volume I, second Edition, Wiley Interscience, New York, London-Sydney-Toronto.
- Bandem, W. & F. Waskito. 2006. *Berbagai Pengawet Kosmetik*. Buku Pegangan Ilmu Kosmetik, Gramedia Pustaka Utama: Jakarta.
- Cahyani, I. Martha, Sulistyarini, Indah, Ivani, & R. Amelia. 2017. Aktivitas antibakteri *Staphylococcus aureus* formula masker gel peel off minyak atsiri daun Jeruk Nipis (*Citrus aurantifolia*) dengan penggunaan karbopol 940 sebagai basis. *Media Farmasi Indonesia*, 12(2): 1181-1266.
- Chandira, R. M., A. Pradeep, D. Pasupathi, B. Bhowmik, K. K. Chiranjib, K. P. Jayakar, Tripathi, & S. Kumar. 2010. Design, development and formulations of antiacne dermatological gel. *J. Chem. Pharm. Research*, 2(1): 401-414.
- Departemen Kesehatan RI. 2014. *Farmakope Indonesia Edisi V*. Jakarta.
- Ditjen POM RI. 1979. *Farmakope Indonesia*. Edisi III. Jakarta: Departemen Kesehatan RI. Halaman 33, 96.
- Draelos, Z. D. & L. A. Thaman. 2006. *Cosmetic Science and Technology Series*. Volume ke-30, *Cosmetic Formulation of Skin Care Products*. Taylor & Francis Group. New York.
- Garg. A., D. Aggarwal, S. Garg, & A. K. Sigla. 2002. Spreading of semisolid formulation. *Pharmaceutical Technology*, 26: 84-105.
- Grace, F. X., C. Darsika, K.V. Sowmya, K. Suganya, & S. Shanmuganathan, 2015, Preparation and evaluation of herbal *peel off* face mask. *American Journal of Pharm. Tech. Research*, 5: 33-336.
- Hanan, D. M. & A. N. Puji. 2018. Formulasi dan evaluasi sediaan masker gel *peel off* pati bengkoang (*Pachyrrhizul erosus*.L) untuk flek hitam bekas jerawat. *Jurnal Farmasi Muhammadiyah Kuningan (JFARMAKU)*, 3(2): 1-10.
- Hary, R. G., J. B. Wilkonson, & R. J Moore. 1982, *Harry's Cosmetology*, 7 th ed, New York: Chemical Publising Company.
- Karmilah & N. Rusli. 2018. Formulasi dan uji efektifitas masker *peel off* pari jagung (*Zea mays sacchrata*) sebagai perawatan kulit wajah. *Jurnal Ilmiah Manuntung*, 4(1): 59-66.
- Martin, A., J. Swarbrick, & A. Cammarata. 1993. *Farmasi Fisik: Dasar-dasar Farmasi Fisik dalam Ilmu Farmasetik*. Edisi Ketiga. Penerjemah: Yoshita. Jakarta: UI Press, Hal. 1129-1187.
- Michalun, M. V. & J. C. Dinardo. 2014, *Skin care and cosmetic ingredients Dictionary*, 4thed., Cengage Learning, USA. <https://books.google.co.id/books?id=AePNAgAAQBAJ&printsec=frontcover&hl=id#v=onepage&q&f=false>. Diakses pada tanggal 12 Januari 2020.
- Morris, K. 1993. *Depilatories Mark Scubs and Bleaching Preparation*, Paucher,s *Perfumes Cosmetics and Soaps*. London: Chapman and Hall.

- Novita, W. 2009. Buku Pintar Merawat Kecantikan di Rumah – Kumpulan Tips Praktis dan Murah Merawat Kecantikan dari Ujung Rambut hingga Ujung Kaki. PT Gramedia Pustaka: Jakarta.
- Peranginangin, R., Murniyati, Nurhayati, & W. Rahmad. 2014. Pengolahan Kolagen dari Kulit Ikan Nila. Jakarta: Penebar Swadaya.
- Rahmawanty, D., N. Yulianti, & M. Fitriana. 2015. Formulasi dan evaluasi masker wajah *peel-off* mengandung kuersetin dengan variasi konsentrasi gelatin dan gliserin. *Media Farmasi*, 12 (1): 17-32.
- Rodriguez, M. I. A., L. G. R. Barroso, & M. L. Sanchez. 2017. Collagen: A review on its sources and potential cosmetic applications. *Journal Cosmetic Dermatology*, 17(1): 21-26.
- Schanno, R. J., J. R. Westlund, & D. H. Foelsch. 1980. Evaluation of 1,3-dimethylol-5,5-dimethyl hydantoin as a cosmetic preservative. *Journal of the Society of Cosmetic Chemists*, 31: 85-96.
- Secchi, G. 2008. Role of protein in cosmetics. *Clin. in Dermatol.*, 26: 321-325.
- Septiani, S, N. Wathoni, & S. R. Mita, 2011, Formulasi sediaan masker gel antioksidan dari ekstrak etanol biji melinjo (*Gnetum Gnemon* Linn), *Jurnal Unpad.*, 1(1): 4-24.
- Shai, A., H. I. Maibach, & R. Baran. 2009. *Handbook Of Cosmetic Skin Care. Second Edition.* London: Informa Healthcare. Pp. 56-58.
- Singh, P., S. Benjakul, S. Maqsood, & H. Kishimura. 2010. Isolation and characterisation of collagen extracted from the skin of striped catfish (*P. hypophthalmus*). *Food Chemistry*, 124: 97-105.
- Slavtcheff. 2000. Komposisi Kosmetik untuk Masker Kulit Muka. Indonesia paten 2000/0004913.
- Sudjana. 2005. *Prosedur Penelitian.* Jakarta: PT Rineka Cipta.
- Sugihartono, Y. Erwanto, & R. Wahyuningsih. 2019. *Kolagen dan Gelatin untuk Industri Pangan dan Kesehatan.* Yogyakarta: Lily Publisher.
- Sulastri, E. Yusriadi & D. Rahmiyadi 2016. Pengaruh pati prigelatinasi beras hitam sebagai bahan pembentuk gel terhadap mutu fisik sediaan masker gel *peel off*. *Jurnal Pharmascience*, 3 (2): 69-77.
- Susanti, L. & P. Kusmiyarsih. 2011. *Formulasi dan Uji Stabilitas Krim Ekstrak. Etanolik Daun Bayam Duri (Amaranthus spinosus L.).* Jakarta: Agromedia Pustaka.
- Swatschek, D., W. Schattona, & J. Kellermann. 2002. Marine sponge collagen: isolation, characterization and effects on the skin parameters surface-pH, moisture and sebum. *Eur. J. Pharm. Biopharm.*, 53: 107-113.
- Tranggono, R. I. & F. Latifah. 2007. *Buku Pegangan Ilmu Pengetahuan Kosmetik.* Jakarta: PT Gramedia Pustaka Utama.
- Vieira, R. P. 2009. Physical and physicochemical stability evaluation of cosmetic formulations containing soybean extract fermented by bifidobacterium animalis. *Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences*, 45(3): 515-525.
- Voight, R. 1994. *Buku Pelajaran Teknologi Farmasi, Penerjemah: N. Soendani.* Yogyakarta: Penerbit UGM.

- Wylie, E. B. 1992. Mekanika Fluida. Jakarta: Erlangga.
- Yuliani, S. H. 2010. Optimization of a combination of sorbitol, glyserol and Propylene glycol in gel sunscreen extract ethanol *Curcuma mangga*. Indonesian Pharmaceutical Magazine, 21(2): 83-89.
- Zhelsiana, D. A., Y. S. Pangestuti, F. Nabilla, N. P. Lestari, & E. R. Wikantyasning. 2016. Formulasi dan evaluasi sifat fisik masker gel *peel off* lempung bentonite. The 4th Univesity Research Coloquium. p.42-45.

VII. UJI IRITASI MASKER *PEEL OFF* KOLAGEN KULIT IKAN BARAKUDA (*Sphyraena jello*)

ABSTRAK

Masker *peel off* diharapkan dapat membersihkan, mencerahkan, melembabkan kulit, dan tidak menimbulkan iritasi pada kulit. Kolagen kulit ikan barakuda berpotensi digunakan sebagai bahan aktif dalam masker *peel off*. Umumnya masker dapat terbuat dari kolagen karena jaringan kulit terdiri atas 75% serat kolagen yang berperan menjaga kelembaban, kekencangan, dan elastisitas kulit. Tujuan penelitian ini adalah mengevaluasi tingkat iritasi sediaan gel masker *peel off* kolagen kulit ikan barakuda pada kulit sukarelawan. Metode yang dilakukan adalah sediaan gel masker *peel off* yang diuji iritasi adalah sediaan masker *peel off* formula 1, 2, 3, 4, 5, 6 dan formula 0 sebagai blanko dengan konsentrasi kolagen kulit ikan barakuda masing-masing 0,3% (F1); 0,6% (F2); 0,9 (F3); 1,2% (F4); 1,5% (F5); 1,8% (F6), dan tanpa kolagen kulit ikan barakuda (F0/blanko). Uji iritasi sediaan gel masker *peel off* dilakukan dengan mengamati reaksi yang terjadi pada kulit. Pengujian menggunakan teknik *patch test* yaitu tempel terbuka dengan mengoleskan sediaan (F1, F2, F3, F4, F5, dan F6) seluas 2 cm² selama 30 menit pada bagian lengan bawah kanan sukarelawan dan bagian lengan bawah kiri blanko (F0) sebagai pembanding. Selanjutnya diamati gejala atau reaksi iritasi yang timbul pada kulit. Uji iritasi dilakukan satu kali dalam sehari selama tiga hari pada 12 orang sukarelawan berbeda. Data dianalisis secara deskriptif dan hasil pengujian iritasi kulit menunjukkan bahwa semua sediaan gel masker *peel off* kolagen kulit ikan barakuda tidak menimbulkan iritasi pada kulit, oleh karena itu aman digunakan.

Kata kunci: Iritasi, gel masker *peel off*, kolagen, kulit ikan barakuda

VII. IRRITATION TEST OF BARRACUDA (*Sphyraena jello*) SKIN COLLAGEN PEEL OFF MASK

ABSTRACT

The peel off mask produced is expected to clean, brighten, moisturize the skin and not cause irritation to the skin. Barracuda fish skin collagen has the potential to be used as an active ingredient in peel off masks. Generally masks can be made of collagen because skin tissue consists of 75% collagen fibers which play a role in maintaining moisture, firmness, and elasticity of the skin. The purpose of this study was to evaluate the level of irritation of the collagen peel off mask gel preparation of barracuda fish skin on the skin of volunteers. The method used is a peel off mask gel preparation that is tested for irritation is a peel off mask preparation formula 1, 2, 3, 4, 5, 6 and formula 0 as blanks with a concentration of collagen in the skin of barracuda fish of 0.3% (F1); 0.6% (F2); 0.9 (F3); 1.2% (F4); 1.5% (F5); 1.8% (F6), and without barracuda fish skin collagen (F0/blank). The irritation test of the peel off gel mask preparation was carried out by observing the reactions that occurred on the skin. The test used a patch test technique, namely an open patch by applying preparations (F1, F2, F3,

F4, F5, and F6) for an area of 2 cm² for 30 minutes on the volunteer's right forearm and the blank left forearm (F0) for comparison. Furthermore, observed symptoms or irritation reactions that arise on the skin. The irritation test was carried out once a day for three days on 12 different volunteers. The skin irritation test showed that all preparations of peel off collagen gel mask of barracuda fish skin did not cause any irritation to the skin, and therefore are safe to be used.

The data were analyzed descriptively and the results of the skin irritation test showed that all preparations of peel off collagen gel mask of barracuda fish skin did not cause irritation to the skin. The conclusion is that all preparations of peel off collagen gel mask of barracuda fish skin do not cause skin irritation and are safe to use.

Keywords: Irritation, peel off mask gel, barracuda skin collagen

A. Pendahuluan

Masker *peel off* adalah salah satu bentuk sediaan kosmetika yang umum digunakan. Masker *peel off* berbentuk gel dioleskan pada wajah, setelah mengering maka terbentuk lapisan film yang transparan dan tipis pada kulit wajah. Pelekatannya pada wajah selama 15 – 30 menit maka lapisan dapat dilepas atau diangkat dengan cara dikelupas dari permukaan kulit (Slavtcheff, 2000).

Manfaat masker *peel off* antara lain dapat membersihkan, melembabkan, menyegarkan, melembutkan, dan mencerahkan kulit wajah (Viera, 2009). Keuntungan masker berbentuk gel di antaranya mudah digunakan dan mudah dibersihkan serta dapat dilepas atau diangkat seperti *membran elastic* (Harry, 1973 dalam Phindo, 2016). Masker ini dapat mengangkat komedo, kotoran, sel kulit mati, dan efektif melembabkan kulit

Masker *peel off* hasil penelitian ini diharapkan dapat membersihkan, mencerahkan, melembabkan kulit, dan tidak menimbulkan iritasi pada kulit. Oleh karena itu dibutuhkan bahan aktif yang dapat melembabkan, mencerahkan kulit dan menghasilkan efek yang sinergis. Salah satu bahan aktif yang berpotensi digunakan adalah kolagen kulit ikan barakuda. Umumnya masker dapat terbuat dari kolagen karena jaringan kulit terdiri atas 75% serat kolagen yang berperan menjaga kelembaban, kekencangan dan elastisitas kulit. Barel et al. (2009) menyatakan bahwa kolagen pada kosmetik yang digunakan untuk kulit wajah akan mampu menahan air sehingga dapat mempertahankan kelembaban kulit. Kolagen mengandung asam amino yang dibutuhkan kulit untuk terbebas dari berbagai masalah. Berdasarkan uraian di atas, maka perlu dilakukan analisis tingkat iritasi sediaan gel masker *peel off* kolagen kulit ikan barakuda pada kulit sukarelawan.

B. Bahan dan Metode Penelitian

Bahan yang digunakan dalam pengujian iritasi kulit ini adalah sediaan gel masker *peel off* formula 1, 2, 3, 4, 5, dan 6 karena berdasarkan hasil pengujian evaluasi fisik sediaan tersebut memenuhi syarat karakterisasi fisik masker *peel off* yang baik. Selain sediaan formula formula 1, 2, 3, 4, 5 dan 6 pada pengujian iritasi kulit ini juga digunakan formula 0 sebagai blanko dengan konsentrasi kolagen kulit ikan barakuda masing-masing 0,3% (F1); 0,6% (F2); 0,9 (F3); 1,2% (F4); 1,5% (F5); 1,8% (F6) dan tanpa kolagen kulit ikan barakuda (F0/blanko).

Uji iritasi terhadap kulit sukarelawan

Uji iritasi sediaan masker *peel off* dilakukan dengan mengamati reaksi yang terjadi pada kulit. Iritasi dapat dibagi menjadi dua kategori, yaitu iritasi primer yang akan segera timbul sesaat setelah terjadi pelekatan atau penyentuhan pada kulit, dan iritasi sekunder yang reaksinya baru timbul beberapa jam setelah penyentuhan atau pelekatan pada kulit (Ditjen POM, 1985).

Sukarelawan yang menggunakan sediaan gel masker *peel off* dapat dilakukan uji tempel preventif (*patch test*) dengan memakai masker di tempat lain misalnya di lengan bagian bawah atau di belakang daun telinga. Pengujian iritasi dengan hasil tidak terjadi reaksi pada kulit, maka kosmetik tersebut dapat digunakan (Wasitaatmadja, 1997). Sukarelawan yang menggunakan masker *peel off* terlebih dahulu menandatangani surat pernyataan persetujuan ikut serta dalam penelitian (Lampiran 2).

Uji iritasi sediaan gel masker *peel off* dilakukan dengan mengamati reaksi yang terjadi pada kulit. Pengujian menggunakan teknik *patch test* yaitu tempel terbuka dengan mengoleskan sediaan (F1, F2, F3, F4, F5, dan F6) seluas 2 cm² selama 30 menit pada lengan bagian bawah kanan sukarelawan dan lengan bagian bawah kiri blanko (F0) sebagai pembanding, selanjutnya diamati gejala atau reaksi iritasi yang timbul pada kulit (Ningrum, 2018). Uji iritasi dilakukan satu kali dalam sehari selama tiga hari pada 12 orang sukarelawan berbeda. Bila tidak terjadi reaksi apapun diberi tanda (-), bila terjadi reaksi panas diberi tanda (+), bila terjadi kemerahan diberi tanda (++), bila terjadi reaksi gatal diberi tanda (+++) (Depkes RI, 1995). Pengaplikasian sediaan gel masker *peel off* tercantum pada Lampiran 3.

Sukarelawan yang dipilih untuk pengujian iritasi sediaan gel masker gel *peel off* adalah ibu-ibu Dharma Wanita Persatuan (DWP) Lapas Takalar dengan

kriteria sebagai berikut (Ditjen POM RI, 1985): 1. Wanita berbadan sehat, 2. Usia antara 20 - 30 tahun, 3. Tidak ada riwayat penyakit yang berhubungan dengan alergi, dan 4. Bersedia menjadi sukarelawan.

C. Analisa Data

Data yang diperoleh pada pengujian iritasi kulit dianalisis secara deskriptif yang disajikan dalam bentuk tabel kemudian dinarasikan.

D. Hasil dan Pembahasan

Formulasi dan pengujian iritasi kulit sediaan gel masker *peel off* kolagen kulit ikan barakuda

Formulasi yang digunakan dalam pembuatan sediaan masker *peel off* dengan penambahan bahan aktif kolagen kulit ikan barakuda pada Tabel 7 (halaman 54). Salah satu biomaterial yang berpotensi untuk dijadikan sebagai bahan aktif kosmetik adalah kolagen. Kolagen memiliki sifat yang unik, mudah diserap oleh tubuh, sifat antigenitas yang rendah, afinitas dengan air yang tinggi, tidak toksik, *biodegradable*, *biocompatible*, relatif lebih stabil, dan dapat larut dalam air maupun asam (Bareil et al., 2010).

Pengujian iritasi dilakukan untuk mengetahui tingkat iritasi dari sediaan gel masker *peel off* yang dibuat. Uji iritasi sediaan gel masker *peel off* dari kolagen kulit ikan barakuda yang dilakukan terhadap 12 orang sukarelawan, dioleskan pada lengan bagian bawah dan dibiarkan selama 30 menit. Hasil uji iritasi terhadap kulit sukarelawan dapat dilihat pada Tabel 10.

Tabel 10. Hasil uji iritasi terhadap kulit sukarelawan

Suka rela wan	Wak tu (me nit)	Formula																					
		F0			F1			F2			F3			F4			F5			F6			
		Hari ke-																					
		1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	
A	30	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
B		-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
C		-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
D		-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
E		-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
F		-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
G		-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
H		-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
I		-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
J		-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
K		-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
L		-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Keterangan:

+ : panas , ++ : kemerahan, +++ : gatal, - : tidak terjadi

Tabel 10 menunjukkan bahwa uji iritasi yang dilakukan terhadap kulit sukarelawan diperoleh hasil yaitu tidak menimbulkan reaksi apapun, baik panas, kemerahan dan gatal pada kulit, yang ditimbulkan oleh sediaan gel masker *peel off* kolagen kulit ikan barakuda. Salah satu faktor penyebab iritasi adalah pH sediaan yang tidak sesuai dengan pH kulit. Hasil pengujian pH dari ketujuh sediaan gel masker *peel off* diperoleh hasil bekisar antara 5,01 - 5,60. Nilai pH ini masuk range pH kulit, nilai pH meningkat seiring meningkatnya konsentrasi kolagen dalam sediaan gel masker *peel off*. Nilai pH kolagen kulit ikan barakuda yang bersifat basa yaitu 6,9. Tranggono & Latifah (2007) menyatakan bahwa sediaan topikal sebaiknya memiliki pH yang sesuai dengan pH kulit yaitu 4,5 - 6,5 karena jika pH terlalu asam akan menyebabkan iritasi kulit dan jika sediaan memiliki pH yang terlalu basa maka dapat menyebabkan kulit menjadi kering dan bersisik.

Dengan demikian dapat dinyatakan bahwa sediaan gel masker *peel off* kolagen kulit ikan barakuda ketika diaplikasikan pada kulit lengan bawah tidak menimbulkan iritasi dan aman digunakan sebagai sediaan topikal.

E. Kesimpulan

Semua sediaan gel masker *peel off* kolagen kulit ikan barakuda yang diformulasi tidak menimbulkan iritasi kulit dan aman digunakan dalam perawatan kulit wajah.

DAFTAR PUSTAKA

- Bareil, R. G. & F. Berthod. 2010. Collagen-based biomaterials for tissue engineering applications. *Materials*, 3: 1863-1887.
- Barel, A. O., M. Paye, & H. I. Maibach. 2009. *Handbook of Cosmetic Science and Technology*. New York: Informa Healthcare USA, Inc.
- Departemen Kesehatan RI. 1995. *Farmakope Indonesia*, Edisi IV. Jakarta.
- Ditjen POM RI. 1985. *Formularium Kosmetika Indonesia*. Jakarta: Departemen Kesehatan RI. Halaman 22, 356.
- Phindo, L. 2016. *Formulasi dan Evaluasi Fisik Masker Peel Off yang Mengandung Ekstrak Etanol 96% Kulit Batang Nagka (Artocarpus heterophyllus.Lamk) Asam Glikolatdan Niasinamida*. Skripsi. Program Studi Farmasi, Fakultas Kedokteran dan Ilmu Kesehatan. Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah. Jakarta.
- Slavtcheff. 2000. *Komposisi Kosmetik untuk Masker Kulit Muka*. Indonesia paten 2000/0004913.
- Tranggono, R. I. & F. Latifah. 2007. *Buku Pegangan Ilmu Pengetahuan Kosmetik*. Jakarta: PT Gramedia Pustaka Utama.
- Vieira, R. P. 2009. Physical and physicochemical stability evaluation of cosmetic formulations containing soybean extract fermented by bifidobacterium animalis. *Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences*, 45(3): 515-525.
- Wasitaatmadja. 1997. *Penuntun Ilmu Kosmetik*. Jakarta: UI Press.

VIII. PEMBAHASAN UMUM

Ikan barakuda (*S. jello*) adalah ikan pelagis yang dimanfaatkan dalam bentuk segar, beku, kering asin, dan filet. Nama lokal lainnya ikan barakuda adalah dolok-dolok dan asak-asak. Pemanfaatan ikan barakuda selain dikonsumsi langsung juga sebagai bahan baku produk olahan, antara lain nugget, otak-otak, bakso, kerupuk, pempek, dan siomay ikan. Kulit ikan barakuda merupakan limbah pengolahan produk perikanan yang belum dimanfaatkan secara optimal. Proporsi kulit ikan barakuda berdasarkan data primer pengolahan pempek ikan barakuda dari 1 kg ikan menghasilkan limbah kulit sebesar 100 g. Pemanfaatan kulit ikan barakuda berpotensi sebagai sumber kolagen yang dapat memberikan nilai tambah untuk komersialisasi hasil perikanan.

Kolagen dalam bidang kosmetik banyak digunakan sebagai bahan aktif yang bermanfaat untuk meningkatkan kelembaban kulit, menjaga elastisitas kulit, mencegah penuaan kulit, dan mencegah kulit dari radikal bebas. Kadar kolagen dalam kulit akan semakin berkurang seiring dengan bertambahnya usia, paparan ultraviolet (UVA dan UVB), polusi, stress, dan pola hidup yang tidak sehat, yang dapat mempercepat proses penuaan pada kulit. Menurut Ou-Yang et al. (2009), kerusakan kolagen pada kulit mengakibatkan penurunan fungsi kolagen untuk mempertahankan air dalam kulit sehingga kulit tampak kering dan keriput. Hal ini mendorong semakin meningkatnya ketertarikan dan kepedulian orang, khususnya wanita, untuk perawatan kulit. Kemajuan di bidang kosmetik telah banyak menghasilkan produk kosmetik untuk perawatan kulit, antara lain masker *peel off*.

Masker *peel off* memiliki keunggulan dalam penggunaannya yaitu mudah digunakan dan mudah dibersihkan serta dapat dilepas atau diangkat seperti membran elastik. Masker ini dapat mengangkat komedo, kotoran, sel kulit mati, dan efektif melembabkan kulit. Dengan demikian dibuatlah masker *peel off* kolagen kulit ikan barakuda yang diharapkan dapat menjadi salah satu bentuk perawatan kulit sebagai solusi menghambat proses penuaan kulit. Dalam penelitian ini dilakukan analisis karakteristik kimia kulit ikan barakuda, pembuatan kolagen dari kulit ikan barakuda dan diaplikasikan dalam pembuatan sediaan gel masker *peel off*. Kolagen kulit ikan sebagai bahan aktif masker *peel off* bersifat oklusif. Menurut Zhai & Maibach (2002), pelembab berbasis kolagen bekerja dengan bersifat oklusif, yaitu adanya kemampuan menahan penguapan air

secara berlebihan dari permukaan kulit dan mampu meningkatkan hidrasi stratum korneum.

Sumber kolagen komersial umumnya berasal dari bahan baku kulit sapi dan babi. Sumber kolagen tersebut memiliki risiko penularan penyakit, hambatan etnis, dan kepercayaan (Li et al., 2013). Kemampuan kolagen dalam menjaga kelembaban kulit menjadi alasan penggunaannya sebagai bahan aktif sediaan gel masker *peel off*. Berdasarkan uraian di atas, penelitian mengenai alternatif sumber kolagen lain yaitu kolagen kulit ikan barakuda dan optimasi penambahan kolagen pada pembuatan sediaan gel masker *peel off* perlu dilakukan untuk mempelajari karakteristik sediaan gel masker *peel off* yang dihasilkan, kemudian dilanjutkan dengan uji iritasi pada kulit sukarelawan.

Karakteristik kimia kulit ikan barakuda (Bab III) dilakukan untuk menilai kelayakan awal kulit ikan sebagai bahan baku kolagen. Karakteristik kimia dari kulit ikan barakuda meliputi analisis proksimat dan logam berat yaitu kadar air 67,39%, protein 21,69%, lemak 8,38%, abu 2,53%; logam berat Hg (tidak terdeteksi), Pb (tidak terdeteksi), dan As 0,0448 mg/kg. Kulit ikan barakuda memiliki kadar protein yang tinggi dan kadar logam berat yang memenuhi persyaratan sehingga layak dan aman digunakan sebagai bahan baku kolagen.

Karakterisasi fisik dan kimia kolagen dilakukan untuk menilai kelayakan kolagen kulit ikan barakuda sebagai bahan aktif kosmetik. Hasil penelitian pada (Bab IV dan Bab V) adalah kolagen memiliki karakteristik fisik dan kimia sebagai bahan aktif kosmetik. Pembuatan sediaan gel masker *peel off* menggunakan bahan aktif kolagen kulit ikan barakuda dengan konsentrasi 0,3% (F1); 0,6% (F2); 0,9 (F3); 1,2% (F4); 1,5% (F5); 1,8% (F6) dan tanpa kolagen (F0/blanko) (Bab VI). Evaluasi sediaan gel masker *peel off* secara organoleptis memiliki konsistensi kental (rendah sampai kuat), tidak berbau, teksturnya lembut dan berwarna kuning agak kecoklatan lebih muda untuk formula yang mengandung kolagen kulit ikan barakuda, tidak berwarna (bening) untuk formula tanpa kolagen kulit ikan barakuda. Ketujuh sediaan memiliki homogenitas dan karakteristik fisik yang baik. Selanjutnya dilakukan uji iritasi pada sukarelawan.

Pengujian iritasi (Bab VII) dilakukan untuk mengetahui tingkat iritasi dari sediaan gel masker *peel off* yang dibuat. Uji iritasi sediaan gel masker *peel off* dari kolagen kulit ikan barakuda yang dilakukan terhadap 12 orang sukarelawan memberikan hasil bahwa sediaan gel masker *peel off* yang dibuat tidak menimbulkan reaksi atau tanda-tanda iritasi seperti panas, kemerahan, dan gatal

pada kulit, sehingga sediaan gel masker *peel off* dari kolagen kulit ikan barakuda sebagai kosmetik topikal, aman untuk digunakan.

IX. KESIMPULAN DAN REKOMENDASI

A. Simpulan Umum

- a. Kulit ikan barakuda memiliki kadar protein yang tinggi dan kadar logam berat yang rendah sehingga layak dan aman digunakan sebagai bahan baku kolagen.
- b. Sifat fisik kolagen kulit ikan barakuda memenuhi persyaratan sifat fisik bahan aktif kosmetik. Kolagen kulit ikan barakuda mengandung amida A, amida B, amida I, amida II dan amida III, dan memiliki struktur *triple helix* pada amida I dan amida III yang merupakan salah satu ciri kolagen.
- c. Rendahnya kandungan lemak dan abu pada kolagen yang diproduksi dari kulit ikan barakuda menunjukkan bahwa proses *pretreatment* kulit ikan dengan perendaman dalam larutan basa, butil alkohol, dan EDTA efektif untuk mereduksi lemak dan mineral-dalam kulit ikan.
- d. Karakteristik kimia kolagen kulit ikan barakuda memenuhi standar kolagen *cosmetic grade* sehingga dapat digunakan sebagai bahan aktif kosmetik.
- e. Karakteristik fisik dan organoleptic dari tujuh sediaan gel masker *peel off* yang diformulasi memenuhi kriteria karakteristik fisik masker *peel off* yang baik.
- f. Sediaan gel masker *peel off* dengan penambahan kolagen kulit ikan barakuda tidak menimbulkan iritasi pada kulit.

B. Rekomendasi

Rekomendasi yang dapat kami berikan dalam penelitian ini adalah:

1. Perlunya memperhatikan proses *pretreatment* dalam pembuatan kolagen dari kulit ikan barakuda karena kandungan lemak dan abu (mineral) dalam kulitnya tinggi.
2. Perlunya dilakukan penelitian lebih lanjut terkait formulasi masker *peel off* dengan konsentrasi kolagen kulit ikan barakuda yang lebih tinggi untuk melihat batas tertinggi konsentrasi kolagen yang dapat digunakan.
3. Sebaiknya dilakukan penelitian lanjutan mengenai evaluasi fisik (uji sifat alir), uji stabilitas fisik dan kimia, uji toksisitas serta uji efektivitas pada sediaan gel masker *peel off* kolagen kulit ikan barakuda.
4. Perlu penelitian lanjutan tentang efektifitas dan uji iritasi pada lebih banyak tipe kulit sukarelawan.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Ekstraksi kolagen kulit ikan barakuda



Sampel kulit ikan barakuda (*Sphyrna jello*)



Penimbangan sampel kulit ikan



Perendaman kulit ikan dengan NaOH



Perendaman kulit ikan dengan EDTA



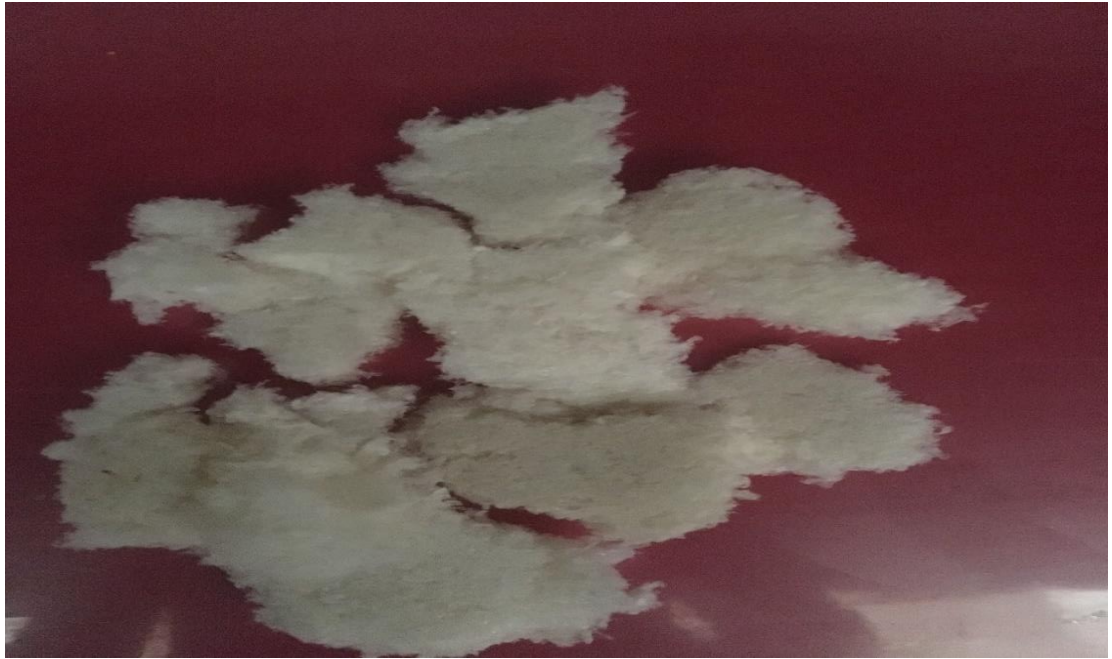
Penimbangan kulit setelah *pretreatment*



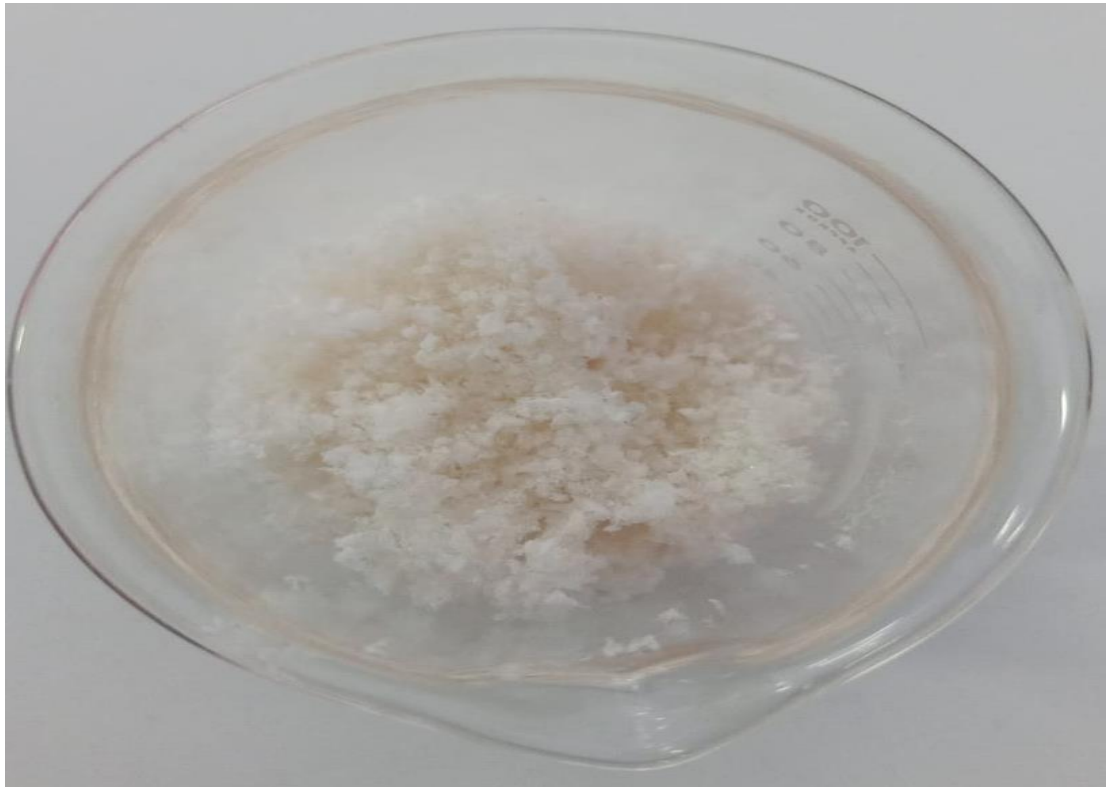
Setelah proses ekstraksi kolagen kulit ikan



Hasil ekstraksi berupa kolagen cair (sebelum difreezedryer)



Kolagen kulit ikan barakuda setelah di-*freeze-dryer*



Serbuk kolagen kulit ikan barakuda (*Shyraena jello*)

Lampiran 2. Surat pernyataan persetujuan ikut serta dalam penelitian untuk pengujian iritasi sediaan gel masker *peel off* kolagen kulit ikan barakuda

SURAT PERNYATAAN PERSETUJUAN IKUT SERTA DALAM PENELITIAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama lengkap :

Umur :

Alamat :

Telah mendapat penjelasan bahwa lengan bawah saya akan digunakan sebagai daerah yang akan diuji. Setelah mendapat penjelasan secukupnya mengenai manfaat penelitian ini maka saya menyatakan SETUJU untuk ikut serta dalam penelitian Harianti dengan judul “Kolagen Kulit Ikan Barakuda (*Sphyraena jello*) sebagai Bahan Aktif Sediaan Gel Masker *Peel Off*” sebagai upaya untuk mengetahui apakah sediaan masker *peel off* yang tidak menimbulkan iritasi pada kulit dan aman digunakan. Saya menyatakan bersedia dan sukarela mengikuti prosedur penelitian yang telah ditetapkan.

Persetujuan ini saya buat dengan penuh kesadaran tanpa adanya paksaan dari pihak manapun. Demikian surat pernyataan ini dibuat untuk dipergunakan sebagaimana mestinya.

Makassar, Juni 2020

Sukarelawan

Lampiran 3. Pengaplikasian sediaan gel masker *peel off*



Pengaplikasian sediaan gel masker *peel off* pada lengan bawah sukarelawan