OPTIMASI HPMC DAN PROPILENGLIKOL DALAM FORMULA GEL ANTIOKSIDAN EKSTRAK ETANOL KULIT KAYU SECANG (CAESALPINIA SAPPAN L.) DENGAN METODE SIMPLEX LATTICE DESIGN

Anik Permatasari[1], Rahmat Hidayat[2], Danang Raharjo[3]
anik26012002@gmail.com[1], 06hidayatrahmat@gmail.com[2], danang_raharjo@udb.ac.id[3]
Universitas Duta Bangsa Surakarta

ABSTRAK

Kulit kayu secang memiliki flavonoid serta alkaloid sebagai potensi zat antioksidan. Flavonoid disebut senyawa yang aktif dan termasuk sebagai jenis senyawa intermediet antioksidan yang bertugas untuk zat antioksidan dari flavonoid dengan menangkal radikal bebas serta reactive oxygen spesies (ROS) secara langsung, menghambat regenerasi ROS dan secara tidak langsung bisa meningkatkan aktivitas antioksidan serta enzim antioksidan seluler. Penelitian ini bertujujuan supaya mengetahui ekstrak kulit batang secang sebagai antioksidan secara alami serta mencari formula optimal dan evaluasi sediaan gel yang baik. Metode yang digunakan dalam penelitian ekstrak kulit kayu secang (Caesalpinia sappan L.) yaitu dengan metode DPPH (1,1-difenil-2-pikrilhidrazil). Kemudian optimasi formula gel menggunakan software Design Expert® version 13 menggunakan metode Simplex Lattice Design menghasilkan lima formula yang berbeda. Evaluasi yang digunakan sebagai parameter dalam penelitian ini adalah uji organoleptis, uji pH, uji viskositas, uji daya lekat dan uji sebar. Konsentrasioptimasi HPMC dan Propilenglikol dalam formula gel yang dihasilkan dari metode Simplex Lattice Design yaitu HPMC 4,210 % dan Propilenglikol 14,790 %. Dengan Kadar Flavonoid Total ekstrak etanol kulit kayu secang (Caesalpinia sappan L.) sebesar 10,145 EQ/g sampel dan aktivitas antioksidan metode DPPH (1,1-Diphenyl-2 Picrylhdrazyl) menunjukkan aktivitas antioksidan yang sangat kuat dengan nilai IC50 sebesar 48,14 ppm, sediaan gel F1 sebesar 48,21 ppm dan F0 sebesar 563,03 ppm yang tidak memiliki antioksidan aktif karena >500.

Kata Kunci: Antioksidan, Kulit Kayu Secang, Simplex Lattice Design, Flavonoid Total, DPPH.

ABSTRACT

Secang bark contains flavonoids and alkaloids which have potential as antioxidants. Flavonoid compounds are active compounds which are included in the type of antioxidant intermediate compounds which act as antioxidant from flavonoid, namely capturing free radicals and reactive oxygen species (ROS) directly, preventing the generation of ROS and directly increasing the activity of antioxidants and cellular antioxidant enzymes. This research aims to determine secang bark extract as a natural antioxidant and determine the optimal formula The method used in research on secang bark extract (Caesalpinia sappan L.) is the DPPH (1,1-difenil-2-pikrilhidrazil) method. Then optimize the gel formula using the Design Expert® version software 13 using the Simplex Lattice Design method produces five different formulas. The evaluations used as parameters in this research are organoleptic test, pH test, viscosity test, adhesion test and spread rest. Optimized concentrations of HPMC and Propylene glycol in the gel formula produced from the Simplex Lattice Design method are HPMC 4.210% and Propylene glycol 14.790%. With a total flavonoid content of ethanol extract of secang bark (Caesalpinia sappan L.) of 10.145 EQ/g sample and the antioxidant activity of the DPPH (1,1-Diphenyl-2 Picrylhdrazyl) method shows very strong antioxidant activity with an IC50 value of 48.14 ppm , the gel preparation F1 was 48.21 ppm and F0 was 563.03 ppm which did not have active antioxidants because >500.

Keywords: *Antioxidants, Secang Bark, Simplex Lattice Design, Total Flavonoids, DPPH.*

PENDAHULUAN

Indonesia termasuk dalam negara berkembang dan memiliki keterbatasan dalam mengatasi masalah kesehatan, akibat dari radikal bebas di Indonesia menjadi salah satu masalah kesehatan (Suharti et al., 2018). Pada kulit manusia yang terpapar radikal bebas masih menjadi penyebab penuaan dini di Indonesia. Senyawa ini bereaksi untuk mencari donor elektron. Ketika ini terjadi di tubuh, akan ada reaksi berantai yang menjadikan radikal bebas baru, dan pada akhirnya jumlah radikal bebas terus meningkat. Suatu kondisi di mana kulit terpapar radikal bebas lebih tinggi daripada yang bisa ditoleransi oleh manusia, biasanya disebut sebagai stres oksidatif. Oleh sebab itu, kulit membutuhkan zat berguna seperti antioksidan. Antioksidan membantu menangkal kulit dari radikal bebas untuk mengurangi efek buruk senyawa tersebut (Suharti et al., 2018).

Antioksidan disebut zat yang diperlukan badan untuk menangkal radikal bebas serta mempunyai kemampuan menstabilkan radikal bebas di kulit dengan cara melepaskan elektron. Sejalan pada kemajuan pemakaian senyawa antioksidan, banyak tanaman yang memiliki senyawa flavonoid serta fenol dengan sifat antioksidan yang telah diteliti. Akibat dari antioksidan senyawa fenolik berdasarkan pada sifat oksidatifnya dapat menetralkan radikal bebas (Suharti et al., 2018). Antioksidan menonaktifkan jalannya reaksi oksidatif pada kulit dengan menghambat radikal bebas dan senyawa yang begitu reaktif, sehingga bisa mengurangi kerugian sel kulit. Fungsi antioksidan lain adalah menghambat proses bertambah tua atau antiaging pada kulit manusia (Haliza et al., 2020).

Pada penelitian Tanzaq (2018) Kayu secang memiliki senyawa flavonoid serta alkaloid yang berperan untuk antioksidan. Flavonoid berpotensi untuk antioksidan sebab mempunyai gugus hidroksil di karbon cincin aromatiknya dan mampu menangkap radikal bebas akan terbentuk selama peroksidasi lemak. Hasil uji ekstrak etanol kayu secang menunjukkan aktivitas antioksidan kelompok antioksidan kuat. Ekstrak etanol pohon secang mempunyai sifat antioksidan yang sangat kuat. Dan diyakini berpengaruh utama pada efektivitas antioksidan ekstrak etanol kayu secang (Ade Kurniawan et al., 2018.)

Dari latar belakang yang diuraikan maka dilakukan optimasi gel dari kulit kayu secang dengan mengoptimasi HPMC dan propilenglikol sebagai gelling agent dan humektan. Sesuai Farmakope Indonesia edisi V, sediaan gel merupakan sistem semi padat yang terdiri oleh suspensi partikel anorganik kecil atau molekul organik besar yang diresapi dengan cairan. Alasan pemilihan formulasi gel adalah karena memiliki keunggulan dibandingkan formulasi lainnya. Pemilihan gel sering digunakan pada industri farmasi atau kosmetik sebab distribusinya yang baik pada kulit, mempunyai efek mendinginkan bila dioleskan pada kulit, mempunyai pelepasan bahan aktif yang baik, dan mudah dicuci (Tsabitah et al., 2020). Salah satu cara yang bisa dipakai untuk menghasilkan kombinasi HPMC (hidroksipropilmetilselulosa) dan propilen glikol untuk memberikan formulasi dengan mutu fisik terbaik adalah simplex lattice design. Metode simplex lattice design (SLD) merupakan metode optimasi formulasi dari total komposisi sediaan yang beda dengan total yang sama. Metode simplex lattice design (SLD) sangat menmberi keuntungan pada biaya, waktu, serta hasil yang akurat karena dapat menemukan persamaan optimal dengan percobaan yang lebih sedikit (Sari & Saryanti, 2021).

Sesuai data sebelumnya maka penelitian ini dilakukan agar mengetahui apa sediaan gel ekstraksi etanol kulit secang mempunyai khasiat antioksidan dan untuk menghitung kadar total fenolik ekstrak etanol kulit kayu secang. Dengan mengoptimasi gel dengan dasar konsentrasi yang berbeda HPMC (hidroksipropil metilselulosa) serta propilen glikol. Dan untuk mengetahui uji mutu fisik sediaan gel ekstraksi etanol dari kayu secang.

METODE PENELITIAN

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah penelitian eksperimental. Penelitian ini dilakukan dengan subjek uji yang diteliti sediaan gel yang dikenai perlakuan yaitu diformulasikan dengan variasi konsentrasi HPMC dan propilenglikol sebagai gelling agent dan humektan yang dioptimasi menggunakan software Design Expert 13 dengan menggunakan metode Simplex Lattice Design. Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Balai Besar Penelitian dan Pengembangan Tanaman Obat dan Obat Tradisional (B2P2TOOT) di Tawangmangu untuk pelaksaan determinasi tanaman kulit kayu secang, dan di Laboratorium Farmasi Universitas Duta Bangsa Surakarta untuk pelaksanaan pembuatan gel, uji parameter serta uji aktivitas antioksidan menggunakan metode DPPH (1,1-diphenyl-2-picrylhidrazyl) dengan spektrofotometer UV-Visible. Tahap penelitian ini dimulai dari persiapan sampel, maserasi, skrining fitokimia, pembuatan gel, uji evaluasi mutu fisik, optimasi gel, uji efektivitas antioksidan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Determinasi Tanaman

Tanaman yang dipakai untuk pengujian ini ialah kulit kayu secang (Caesalpinia sappan L.) yang diambil di Masaran, Sragen, Jawa Tengah. Sebelum di lanjutkan penelitian, tanaman kulit kayu secang akan di determinasi, yang bertujuan untuk mencocokkan ciri dan morfologi tanaman kulit kayu secang dengan kepustakaan yang ada.

Determinasi dilaksanakan di Laboratorium B2P2TOOT (Balai Besar Penelitian dan Pengembangan Tanaman Obat dan Obat Tradisional) Tawangmangu, Karanganyar. Hasil dari determinasi dengan nomor surat TL.02.04/D.XI.6/5434.399/2024 menunjukkan bahwa kulit kayu secang tersebut benar sesuai dengan ciri-ciri kulit kayu secang. Hasil uji determinasi tanaman tersebut terlampir pada lampiran 1.

B. Ekstraksi Etanol Kulit Kayu Secang (Caesalpinia sappan L.)

Metode maserasi digunakan untuk proses ekstraksi kulit kayu secang. Metode ini dipakai karena kelebihan dari metode maserasi yang sederhana dan mudah. Maserasi dilakukan menggunakan cara merendam dalam larutan selama 3 hari, selanjutnya proses maserasi baru sekitar 2 hari, selanjutnya diuapkan menggunakan Rotary Evapator dan dipekatkan dalam waterbath hingga dipekatkan sampai ekstrak kental terbentuk. Pelarut yang digunakan untuk maserasi adalah 8 liter etanol 96% .

Tabel 1 Hasil Randemen Ekstrak Kulit kayu Secang

Bobot Simplisia (g)	Bobot Ekstrak (g)	Nilai Randemen (%)
500 g	38 g	7,6 %

Berdasarkan Tabel 4.1 dilihat bobot ekstrak kental yang diperoleh sebanyak 38 g memiliki nilai randemen sebanyak 7,6 %. Jumlah dari randemen ekstrak ialah perbandingan jumlah bobot akhir ekstrak kental yang diperoleh dengan bobot simplisia kulit kayu secang (Caesalpia sappan L.). Hasil perhitungan randemen ekstrak etanol kulit kayu secang terlampir pada lampiran 3.

C. Standarisasai Simplisia

1. Uji Kadar Air Simplisia

Pengujian kadar air kulit batang secang dikerjakan dengan maksud agar menurunkan kadar air simplisia agar mencegah tumbuhnya jamur di simplisia. Penentuan kadar air penting dilakukan sebagai pennetuan kadar air maksimum suatu bahan, karena air dalam jumlah besar pada dasarnya dapat menjadi tempat berkembang biaknya bakteri dan jamur. Kadar air yang dibutuhkan untuk Simplisia biasanya kurang dari 10% (Kementerian Kesehatan Republik Indonesia, 2017). Cara yang dipakai untuk menguji kadar air ialah dengan menggunakan Moisture Balenz. Pada cara ini, air pada sampel dihilangkan dengan

memanaskannya hingga suhu 105 °C. Dengan cara menguapkan air yang terikat secara fisik dalam sampel, menghasilkan berat yang konstan. Berdasarkan peraturan Kementerian Kesehatan RI tahun 2017, simplisia diketahui memiliki kadar air sebesar 8,60%. Hasil pengujiannya tertera di Tabel 2 :

Tabel 2 Uji Kadar Air Simplisia

Bobot Awal (g)	Kadar Air (%)
2,005	8,60 %

2. Susut Pengeringan Simplisia

Tujuan dari uji susut pengeringan untuk menghasilkan batasan berapa banyaknya zat yang hilang di proses pengeringan. Uji susut simplisia dilakukan di Laboratorium Farmasi Universitas Duta Bangsa Surakarta. Uji susut pengeringan simplisia bisa dilihat di tabel 3.

Tabel 3 Uji Susut Pengeringan Simplisia

Replikasi	Susut Pengeringan (%)
I	6,20 %
II	5,80 %
III	5,80 %
Rata-rata	5,90 %

Hasil uji standarisasi simplisia kulit kayu secang memiliki hasil rata-rata 5,90 %. Menurut Farmakope Herbal Indonesia (2017), nilai dari susut pengeringan tidak >10%. Hasil perhitungan dari uji susut pengeringan simplisia dapat dilihat pada lampiran 5. Dari hasil penelitian susut pengeringan berdasarkan tabel diatas diperoleh susut berat senyawa selama pengeringan sebesar 5,90 dan nilai tersebut sesuai dengan literatur Farmakope Herbal Indonesia Edisi II 2017.

D. Uji Identifikasi Fitokimia

1. Skrining fitokimia

Sebelum dilakukan analisis uji antioksidan sediaan gel ekstrak etanol kulit kayu secang, terlebih dahulu dilakukan skrining fitokimia. Skirining fitokimia ekstrak kulit kayu secang dilakukan agar mengetahui ada atau tidak ada zat berkhasiat yang terkandung pada ekstrak, yang berkhasiat sebagai antioksidan antara lain: flavonoid, alkaloid, saponin, tanin. Hasil dari uji skirining fitokimia bisa dilihat pada tabel 4:

Tabel 4 Hasil Uji Skrining Fitokimia

No.	Pengujian	Pereaksi	Hasil Uji	Uji	Referensi (Rohmah *et al.*, 2018)
1.	Flavonoid	Etanol + Mg + HCl pekat	Terbentuk warna kemerahan	+	Warna merah
2.	Alkaloid	Dragendorf	Terbentuk endapan coklat	+	Endapan coklat
3.	Saponin	Aquadest + HCl	Terbentuk busa yang stabil	+	Terbentuk buih permanen
4.	Tanin	Etanol + $FeCl_3$	Warna hijau kehitaman	+	Hijau kehitaman

Data di Tabel 4 ekstrak etanol kulit batang secang positif mengandung senyawa flavonoid, alkaloid, saponin, dan tanin. Hasil pengujian yang dihasilkan sesuai dengan penelitian sebelumnya dan menunjukkan bahwa ekstrak kulit batang secang memiliki beberapa senyawa seperti flavonoid, alkaloid, saponin, dan tanin.

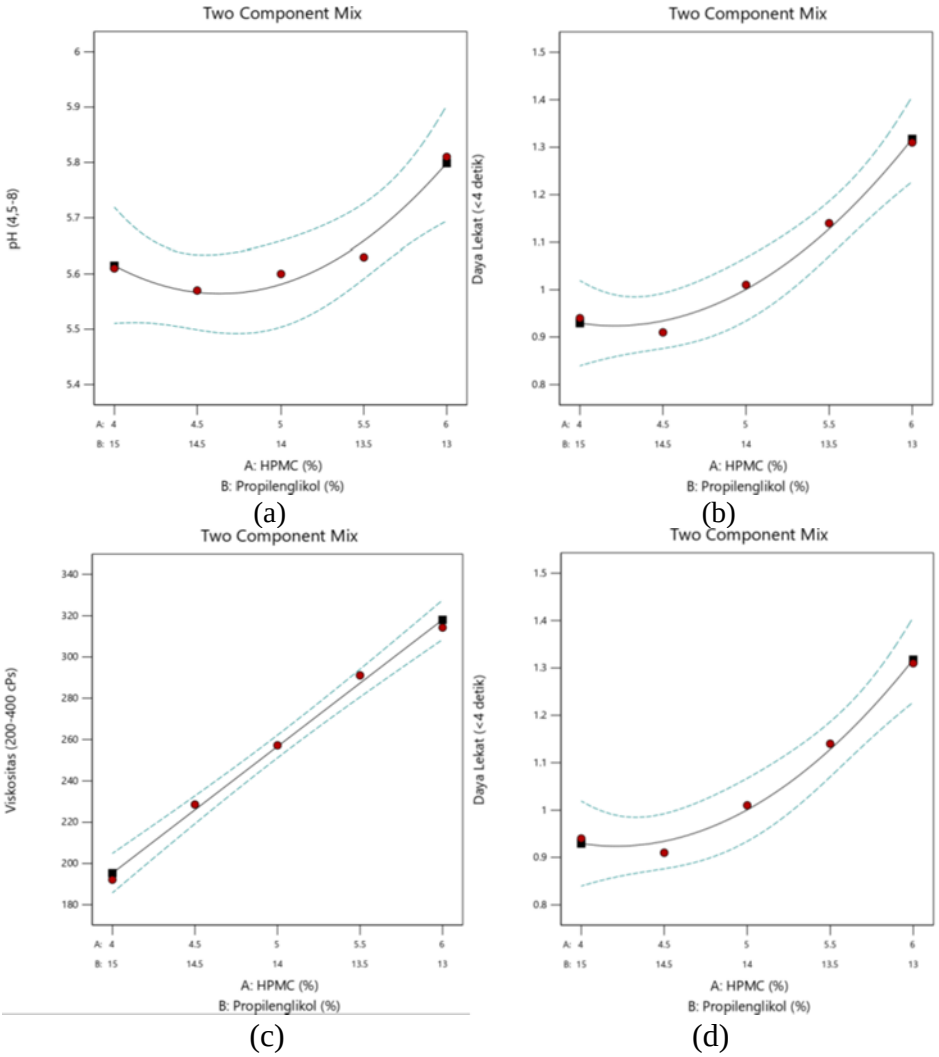
E. Optimasi Sediaan Gel dengan Metode Simplex Lattice Design

Hasil reaksi uji mutu fisik sediaan gel formula I, II, III, IV, dan V yang tercantum di

tabel 5 selanjutnya diolah memakai software Design Expert 13 dan menggunakan metode simplex lattice design

Tabel 5 Nilai Respon Viskositas, Daya Sebar, Daya Lekat, dan pH

Formula	Viskositas (cPs)	Daya Sebar (cm)	Daya Lekat (detik)	pH
I	257,00	6,5	1,01	5,60
II	192,13	6,95	0,94	5,61
III	314,23	5,5	1,31	5,81
IV	228,53	7,0	0,91	5,57
V	291,06	6,0	1,14	5,63



Gambar 1 Grafik pH (a), Grafik Daya Lekat (b), Grafik Viskositas (c), dan Grafik Daya Sebar (d)

a. pH

Uji pH bertujuan untuk mengukur pH suatu formulasi dan menentukan apakah formulasi tersebut dapat diterapkan pada pH kulit. Kisaran pH yang sesuai untuk sediaan gel menurut SNI 16-3499-1996 adalah 4,5 hingga 5,9. Dari hasil uji pH, ekstrak etanol kulit batang secang berada pada kisaran tersebut sehingga memenuhi persyaratan.

Data respon uji pH tabel 4.5 menunjukkan bahwa kurva uji pH gel ekstrak etanol kulit batang secang berbentuk Quadratic. Berdasarkan p- value yang dihasilkan yaitu < 0,0001

< 0,05 (α), ini artinya model cubic menunjukkan hasil yang signifikan pada uji pH.

Nilai Predicted R2 sebesar 0,9633 dan nilai adjusted R2 sebesar 0,9267. Selisih keduanya adalah < 0,2. Adequate precision yang dicapai lebih besar dari 4 yaitu 11,623. Persamaan yang mengandung nilai B (5,61) lebih kecil dari nilai A (5,80).

b. Daya Lekat

Pengujian daya lekat dimaksudkan untuk mengetahui kemampuan formulasi gel dalam melekat pada kulit. Data respon uji daya lekat pada Tabel 4.5 menunjukkan grafik berbentuk Quadratic. Berdasarkan p- value yang diperoleh yaitu < 0,0001 < 0,05 (α) yang berarti model Quadratic menunjukkan hasil yang signifikan pada uji daya rekat.

Diperoleh nilai Predicted R2 sebesar 0,9909. Hal ini sesuai dengan adjusted R2 sebesar 0,9818 dan perbedaan antara keduanya adalah < 0,2. Adequate precision yang dicapai lebih besar dari 4, atau 22,596. Persamaan nilai B (0,9294) lebih kecil dari nilai A (1,32), sehingga berdasarkan hal tersebut dapat diketahui bahwa HPMC mempunyai pengaruh yang signifikan terhadap kekuatan rekat gel hasil ekstraksi etanol kulit batang secang.

Semakin tinggi jumlah HPMC pada formulasi gel berbahan dasar ekstrak etanol kulit batang secang maka semakin besar pula kekuatan rekat formulasi tersebut. Hasil tersebut sesuai dengan hubungan berbanding lurus antara kekuatan rekat dengan viskositas gel (Dwi et al., 2019) serta hubungannya dengan daya sebar (Garg et al., 2019).

c. Viskositas

Uji viskositas pada data respon tabel 4.5 menunjukkan grafik Linear. Berdasarkan p-value yang diperoleh yaitu 0,0001 < 0,05 (α) yang berarti model linier menunjukkan hasil yang signifikan pada uji viskositas. Nilai Predicted R2 sebesar 0,9952 dan nilai adjusted R2 sebesar 0,9936. Selisih keduanya adalah < 0,2.

Adequate precision yang dicapai lebih besar atau sama dengan 4, yaitu 50,056. Persamaan dengan nilai A (317,98) lebih besar dibandingkan dengan nilai B (195,29). Hal ini menunjukkan bahwa HPMC mempunyai pengaruh yang signifikan terhadap viskositas gel ekstraksi etanol kulit batang secang. Semakin tinggi jumlah HPMC pada sediaan gel ekstrak etanol kulit batang secang maka semakin tinggi pula viskositas sediaan tersebut.

d. Daya Sebar

Uji daya sebar bertujuan untuk mengukur kemampuan formulasi gel dalam menyebar pada permukaan kulit, yang mempengaruhi penyerapan obat dan disolusi bahan aktif. Formulasi yang baik nyaman digunakan dan mudah dioleskan ke seluruh kulit wajah. Daya sebar formulasi gel yang baik adalah 5–7 cm (Garg et al., 2019). Berdasarkan hasil pengujian, nilai daya sebar gel ekstraksi etanol kulit kayu Sekan berada pada kisaran tersebut, sehingga memenuhi persyaratan gel yang baik.

Grafik uji gel ekstraksi etanol kulit batang secang berbentuk linier. Berdasarkan p-value yang diperoleh yaitu < 0,0001 < 0,05 (α) yang berarti model linier menunjukkan hasil yang signifikan pada uji distributifitas. Predicted R2 diperoleh nilai sebesar 0,9263. Hal ini sesuai dengan adjusted R2 sebesar 0,9017. Selisih keduanya adalah < 0,2.

Adequate precision yang dicapai lebih besar dari 4 yaitu 12,282. Persamaan nilai A (5,61) lebih kecil dari nilai B (7,17) dan berdasarkan hal ini, semakin tinggi jumlah propilen glikol, semakin besar pengaruh terhadap daya sebar gel hasil ekstraksi etanol kulit batang secang. Kandungan propilen glikol dalam formulasi gel juga meningkatkan daya sebar formulasi. Viskositas mempengaruhi daya sebar formulasi, dengan hubungan keduanya berbanding terbalik (Dwi et al., 2019). Berdasarkan hal ini, persamaan uji daya sebar berhubungan dengan hubungan terbalik antara parameter viskositas dengan daya sebar.

Respon yang diperoleh dari penelitian selanjutnya diolah dengan menggunakan uji ANOVA (Analysis of variance) menggunakan Design Expert 13 untuk menentukan model

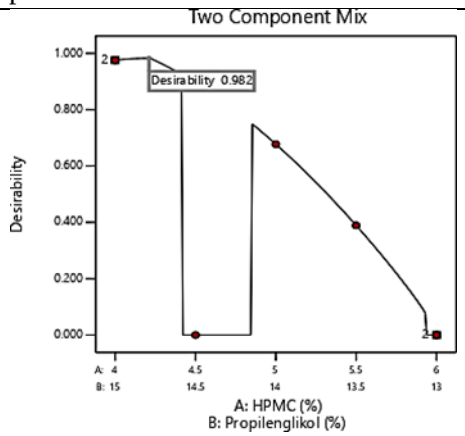
yang direkomendasikan dan untuk mengetahui signifikansi antar variabel untuk analisis respon (Babaki et al., 2017). Nilai maksimum dipilih berdasarkan hasil ANOVA untuk R2 yang menunjukkan bahwa model ini direkomendasikan (Ramadhani et al., 2017). Nilai komponen variabel hasil ANOVA dinyatakan berpengaruh benar (signifikan) jika lack of fit (F-Value) sebesar <0,05, dan tidak signifikan bila lack of fit >0,05. Syarat model yang baik adalah nilai lack of fit yang tidak signifikan karena menunjukkan adanya kecocokan antara data model dengan responnya (Nur Cahyani, 2022).

F. Penentuan Formula Optimum

Di bawah ini adalah kriteria yang digunakan pada formula terbaik yang tertera pada Tabel 6

Tabel 6 Kriteria Formula Optimum Gel

Parameter	Keterangan
Viskositas	*In Range*
Daya Sebar	*Maximize*
Daya Lekat	*Minimize*
pH	*In Range*



Gambar 2 Grafik Hasil Formula Optimum Gel

Penentuan formulasi optimal gel ekstraksi etanol kulit kayu secang dilakukan menggunakan metode simplex lattice design. Optimasi HPMC untuk gelling agent serta propilen glikol untuk humektan dilakukan berdasarkan parameter seperti viskositas, daya sebar, daya lekat, dan nilai pH. Parameter pengaturannya adalah in range, maximize, minimize, dan in range. Parameter viskositas yang dihasilkan dari target pada rentang tersebut adalah 192,133 hingga 314,233 cPs, parameter daya sebar yang diperoleh dari target maksimal adalah 5,5 hingga 7 cm, parameter daya lekat yang diperoleh dari target minimal adalah 0,91 hingga 1,31 detik, serta parameter pH adalah 5,56-5.81. Dari hasil analisis diperoleh prediksi formulasi optimal dengan membandingkan 4,211 gram HPMC dan 14,789 gram propilen glikol pada sediaan gel ekstraksi etanol kulit kayu secang, dengan nilai desirability sebesar 0,982. Nilai desirabiblity yang mendekati 1 merupakan nilai baik (Rahayu et al., 2016), yang menunjukkan bahwa produk yang diharapkan dari program semakin baik (Raissi and Farzani, 2019). Prediksi viskositas, daya sebar, daya lekat, dan respon pH formulasi optimal berturut-turut adalah 208,202 cps, 7,006 cm, 0,924 s, dan 5,587.

G. Uji Fisik Formulasi Optimum

Hasil uji mutu fisik formula optimum terlampir pada tabel 4.7 berikut:

Tabel 7 Hasil Uji Sifat Fisik Formula Optimum Gel

Uji Mutu Fisik	Hasil Uji Formulasi Optimum
Bau	Fruity

Warna	Merah muda
Bentuk	Semi-padat
Homogenitas	Homogen
Viskositas (cPs)	208,202 cPs
Daya Lekat (detik)	0,924 detik
Daya Sebar (cm)	7,006 cm
pH	5,587

Sediaan yang dihasilkan dengan menggunakan simplex lattice design menghasilkan uji mutu fisik yang sesuai dengan respon dari prediksi dan tidak adanya perbedaan signifikan terhadap respon verifikasi.

H. Verifikasi Formula Optimum

Analisis menggunakan one sample t-tes dengan tingkat kepercayaan 95% pada program IBM SPSS Statistics versi 23 menunjukkan respons yang diprediksi dan diverifikasi sebagai berikut untuk gel secang (Caesalpinia sappan L.) yang diekstraksi dengan etanol. Tidak terdapat perbedaan nyata di parameter viskositas, daya sebar, daya lekat, dan nilai pH.

One-Sample Test

	Test Value = 208.195					
	t	df	Sig. (2-tailed)	Mean Difference	95% Confidence Interval of the Difference	
					Lower	Upper
Viskositas	1,000	1	,500	103993,392	-1217368,20	1425354,98

	Test Value = 0.924					
	t	df	Sig. (2-tailed)	Mean Difference	95% Confidence Interval of the Difference	
					Lower	Upper
DayaLekat	1,000	1	,500	,024	-,29	,34

	Test Value = 7.006					
	t	df	Sig. (2-tailed)	Mean Difference	95% Confidence Interval of the Difference	
					Lower	Upper
DayaSebar	1,000	1	,500	3499,473	-40966,16	47965,10

	Test Value = 5.587					
	t	df	Sig. (2-tailed)	Mean Difference	95% Confidence Interval of the Difference	
					Lower	Upper
pH	1,000	1	,500	2790,698	-32668,70	38250,09

Gambar 3 Hasil Uji Analisis Respon Prediksi dan Verifikasi dengan One Sample T-Test

Jika p-value >0,05 maka tidak ada perbedaan signifikan antara respon yang diprediksi dengan respon sebenarnya.

Jika p-value <0,05 maka ada perbedaan signifikan antara respon yang diprediksi dengan respon sebenarnya.

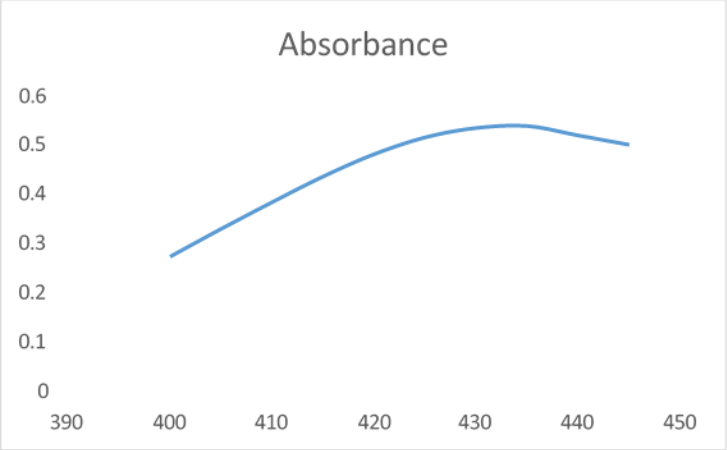
I. Penetapan Uji Kadar Flavonoid Total Ekstrak Kulit Kayu Secang

Pada pengujian ini digunakan cara kolorimetri dengan memakai aluminium klorida (AlCl3). Prinsip yang menentukan kandungan flavonoid ialah terbentuknya senyawa kompleks yang diidentifikasi dengan cairan menjadi lebih kuning. Aluminium klorida (AlCl3) bereaksi dengan zat flavon atau flavonol menghasilkan senyawa yang konstan dan kompleks (Fadilah, 2017). Kuercetin dipakai untuk larutan standar sebab flavonoid dari

gugus flavonol dan mempunyai gugus keton di C-4 dan gugus hidroksil di atom C-3 atau C-5 yang bersisihan dengan flavon dan flavonol (Kusuma P, 2021).

1. Hasil Penentuan Panjang Gelombang Serapan Maksimum

Sebelum menentukan kandungan flavonoid kulit batang secang (Caesalpinia sappan L.), ditentukan panjang gelombang maksimum menggunakan quercetin pada konsentrasi 100 ppm. Lihat Lampiran 9 untuk perhitungan konsentrasi quercetin. Pada konsentrasi 100 ppm, panjang gelombang maksimum adalah 435 nm. Maksud penetapan absorbansi maksimal ialah sebagai penetuan daerah serapan yang dibuat berupa nilai kepunahan. Gambar 3 menunjukkan hasil pengukuran serapan maksimum quercetin.



Gambar 4.4 Panjang Gelombang Maksimum Kuersetin 100 ppm

2. Penetapan Operating Time Kuersetin

Setelah menentukan panjang gelombang maksimum, ditentukan operating time maksimum menggunakan quercetin pada konsentrasi 100 ppm. Waktu pengoperasian diukur selama 40 menit dengan interval 5 menit, dan waktu pengoperasian diukur di menit ke-25. Dalam pengujian ini interval waktu yang dipakai adalah 40 menit dan absorbansi yang digunakan 435 nm. Hasil pengukuran menentukan waktu pengoperasian pada 25 menit, karena diwaktu 25 menit mendapatkan absobransi yang stabil. Lihat lampiran 11 untuk perhitungan operating time.

3. Absorbansi Kurva Baku Kuersetin

Setelah mencapai panjang gelombang dan waktu operasi maksimum, dihasilkan kurva standar kuersetin. Pengerjaan standar kuersetin dikerjakan dengan menghitung serapan kuersetin di konsentrasi 5 ppm, 10 ppm, 15 ppm, 20 ppm, dan 25 ppm.

Tabel 8 Absorbansi Kuersetin

Konsentrasi	Absorbansi
5	0.281
10	0.368
15	0.441
20	0.515
25	0.578

Dari data pengujian di Tabel 9 bahwa nilai standar serapan kuersetin mengikuti hukum Lamber-Beer dan rentang serapannya berkisar antara 0,2 hingga 0,8. Jika hukum Lamber-Beer dipenuhi, kurva standar menjadi garis lurus. Grafik kurva standar untuk kuersetin dapat dilihat pada Lampiran 10.

Menurut grafik hubungan konsentrasi kuersetin dengan serapan kuersetin di gambar 4, semakin tinggi konsentrasi maka semakin tinggi hasil serapannya sehingga membentuk persamaan garis regresi kurva baku yaitu y = 0,0148x + 0,2143. Nilai koefisien korelasi (r) sebesar 0,9969. Nilai r menunjukkan adanya hubungan linieritas antara dua variabel yaitu

kandungan kuersetin sebagai variabel bebas dan absorbansi sebagai variabel terikat. Rumus kurva kalibrasi kuersetin bisa dipakai untuk pembanding penentuan konsentrasi senyawa total fenolik di ekstrak etanol (Caesalpinia sappan L.)

4. Pengukuran Kadar Total Fenolik

10 mg ekstrak kulit kayu secang (Caesalpinia sappan L.) dilarutkan dalam 10 ml metanol dan diambil 1 ml ditambahkan 1 ml AlCl3 dan 1 ml natrium asetat kemudian didiamkan selama 25 menit. Hasil penentuan absorbansi kadar fenolik sampel pada λ maksimum yaitu 435 nm dapat dilihat di tabel 4.10.

Tabel 9 Kadar Total Fenolik Ekstrak Kulit Kayu Secang

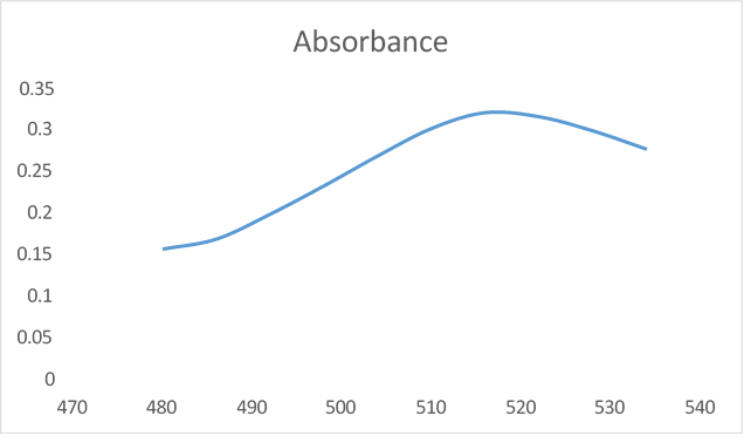
Sampel	Absorbansi	Mg EQ/g sampel	Rata-rata mg EQ/g sampel
Ekstrak	0,375	10,858	
Kulit Kayu	0,361	9,912	
Secang	0,354	9,439	10,06

Hasil analisis total kandungan senyawa flavonoid total pada ekstrak etanol kulit batang secang (Caesalpinia sappan L.) adalah sebesar 10,06 EQ/g yang dihitung terhadap kuersetin. Pada penelitian yang sebelumnya, yaitu penelitian oleh Ulfa (2022) dilakukan penenetapan kadar fenolik pada ekstrak etanol kulit batang secang didapatkan hasil berkisar 11.36 mg EQ/g apabila dibandingkan dengan ekstrak etanol kulit kayu secang yang diteliti tidak jauh berbeda. Hal ini dapat terjadi diduga karena adanya proses perbedaan perlakuan pada sampel seperti metode ekstraksi dan jenis pelarut. Perhitungan kadar total fenolik terlampir pada lampiran 13.

J. Uji Antioksidan Metode DPPH (1,1-Diphenyl-2Picrylhdrazyl)

1. Hasil Pengukuran Panjang Gelombang Maksimum

Langkah pertama dalam pengujian antioksidan adalah menetapkan absorbansi maksimal, dan serapannya diukur pada rentang panjang gelombang 400 hingga 600 nm. Maksud dari penetapan absorbansi maksimal ialah untuk menghasilkan nilai serapan yang memberikan sensitivitas pengukuran tertinggi (Permana et al., 2018). Sebanyak 1 ml larutan DPPH 100 ppm serta 4 ml metanol proanalisis ditempatkan pada kuvet, lalu dihitung serapannya. Kurva penentuan absorbansi maksimum ditunjukkan di gambar 4.6.



Gambar 5 Panjang λ maks Gelombang DPPH

Saat mengukur panjang gelombang, blangko yang digunakan metanol proanalisis. Pengukuran absorbansi maksimal dilakukan pada rentang 400 hingga 600 nm, dan hasil pengukuran panjang gelombang maksimum menunjukkan hasil serapan sebesar 0,320 di panjang gelombang 516 nm. Perhitungan pembuatan larutan induk DPPH tercantum dalam lampiran 14.

2. Penetapan Operating Time DPPH

Setelah menentukan panjang gelombang maksimum, langkah selanjutnya adalah menentukan waktu pengoperasian. Tujuan dari operating time adalah untuk menentukan waktu yang diperlukan larutan untuk memperoleh penyerapan yang stabil (Permana et al., 2018).

Pengukuran dilakukan sekitar 60 menit di absorbansi 516 nm, sesuai dengan absorbansi maksimal yang diperoleh sebelumnya, menggunakan interval waktu 2 menit. Operating Time yang dicapai pada absorbansi 0,324 dalam menit ke 20, memberikan nilai yang stabil. Hasil penentuan operating time disajikan pada lampiran 15.

3. Uji Aktivitas Antioksidan Vitamin C

Vitaamin C dipakai untuk kontrol positif pada pengujian ini. Hal ini karena vitamin C mempunyai gugus donor elektron. Golongan ini terdapat pada atom C2 dan C3. Kehadiran gugus ini memungkinkan vitamin C dalam menangkal radikal bebas pada DPPH.

Hasil panjang gelombang maksimum 516 nm dipakai sebagai pengukur serapan vitamin C serta menentukan nilai IC50. Hasil Uji perbandingan antioksidan vitamin C dengan nilai standar IC50 untuk vitamin C adalah 10,29 ppm. Perhitungan uji antioksidan untuk kadar vitamin C disajikan pada lampiran 17. Semakin kecil nilai IC50 maka semakin besar efek antioksidannya.

4. Hasil Pengukuran Aktivitas Antioksidan Ekstrak Kayu Secang

Tambahkan 1 ml larutan induk DPPH pada setiap seri konsentrasi ekstrak 10 ppm, 20 ppm, 30 ppm, 40 ppm, 50 ppm untuk pengujian absorbansi peredaman radikal dilakukan dengan kemudian dibaca absorbansinya pada panjang gelombang maksimum 516 nm. Hasil pengujian absorbansi larutan uji ekstrak etanol kayu secang ada pada lampiran 18.

Uji aktivitas antioksidan metode DPPH terhadap ekstrak etanol kulit kayu secang (Caesalpinia sappan L.) diperoleh IC50 sebesar 48,14 ppm. Aktivitas antioksidan dari kulit kayu secang (Caesalpinia sappan L.) berpotensi mempunyai nilai antioksidan yang tergolong sangat kuat. Perhitungan pada uji antioksidan ekstrak etanol kulit batang secang ada pada lampiran 18.

Nilai IC50 pada sediaan gel F1 ekstrak etanol kulit kayu secang yaitu sebesar 48,21 ppm. Perhitungan nilai antioksidan sediaan gel F1 dapat dilihat pada lampiran 18. Semakin sedikit nilai IC50 berarti semakin besar daya antioksidannya.

Hasil uji antioksidan memakai metode DPPH terhadap gel ekstrak etanol kulit batang secang (Caesalpinia sappan L.) diperoleh IC50 F0 sebesar 563,03 ppm. Yang artinya F0 tidak memiliki antioksidan aktif karena >500 ppm.

5. Hasil Analisis Nilai IC50

Perhitungan hasil metode DPPH adalah dengan menghitung nilai IC50 yang menyatakan konsentrasi substrat yang dapat mengurangi aktivitas radikal bebas DPPH sebesar 50%.

Hasil pengukuran serapan dipakai sebagai penentuan nilai % inhibisi. Nilai persen inhibisi dipakai sebagai penentuan nilai IC50 untuk mengetahui aktivitas antioksidan senyawa uji yang dihitung. Nilai IC50 ditentukan berdasarkan persamaan regresi linier yang menggambarkan hubungan antara konsentrasi sampel dengan persentase ikatan radikal yang ada dalam sampel. Semakin kecil nilai IC50 maka semakin besar ekstrak tumbuhan tersebut sebagai antioksidan. Hasil IC50 ditunjukkan di tabel 4.10.

Tabel 10 Hasil IC50 Sampel Uji dan Pembanding Metode DPPH

Larutan Uji	**IC50 (ppm)**
Vitamin C	10.29
Ekstrak Kayu Secang	48.14
F1	48.21
F0	563.03

KESIMPULAN

Berdasarkan pengujian yang telah dilaksankan maka dihasilkan kesimpulan bahwa:

1. Konsentrasi optimasi HPMC dan Propilenglikol pada formulasi gel ekstrak etanol kulit kayu secang (Caesalpinia sappan L.) yang di hasilkan dari metode Simplex Lattice Design yaitu HPMC 4,210 % serta Propilenglikol 14,790 %.
2. Berdasarkan hasil analisis formula optimal gel ekstrak kulit batang secang (Caesalpinia sappan L.) menghasilkan pengujian sifat fisik yang sesuai dengan respon dari prediksi dan tidak adanya perbedaan signifikan terhadap respon verifikasi.
3. Kadar Total Fenolik ekstrak etanol kulit kayu secang (Caesalpinia sappan L.) sebanyak 10,145 EQ/g sampel.
4. Aktivitas antioksidan ekstrak etanol kulit kayu secang (Caesalpinia sappan L.) menggunakan metode DPPH (1,1-Diphenyl-2 Picrylhdrazyl) menunjukkan antioksidan yang sangat aktif dengan nilai IC50 sebanyak 48,14 ppm, sediaan gel F1 sebesar 48,21 ppm dan F0 sebesar 563,03 ppm yang tidak memiliki antioksidan aktif karena >500.

Saran

1. Perlu dilakukan uji hedonik dan uji stabilitas fisik lebih lanjut menegenai sediaan optimasi gel ektrak kulit batang secang (Caesalpinia sappan L.).
2. Perlu dilakukan penelitian mengenai uji antibakteri penyebab jerawat seperti Propionibactererium acnes pada sediaan gel kulit batang secang (Caesalpinia sappan L.).
3. Perlu dilakukan penelitian pembuatan formulasi gel dengan HPMC dan propilen glikol yang dioptimalkan tanpa harus dilakukan menggunakan perangkat lunak Design Expert versi 13.

DAFTAR PUSTAKA

Bhernama, B. G. (2020). Skrining fitokimia ekstrak etanol rumput laut

Cahyani, M. N. U. R., Farmasi, P. S., Farmasi, F., & Surakarta, U. M. (2022). Optimasi formula gel ekstrak bawang putih (Allium sativum L.) basis HPMC dan propilenglikol serta aktivitas antibakterinya terhadap Staphylococcus aureus.

Cahyaningsih, N. (2018). Formulasi Dan Evaluasi Sediaan Gel Minyak Atsiri Daun Jeruk Purut (Citrus hystrix.) dengan Basis HPMC Sebagai Anti Bakteri Terhadap Staphylococcus aureus.

D. A. A. (2020). Optimasi Carbomer, Propilen Glikol, dan Trietanolamin Dalam Formulasi Sediaan Gel Ekstrak Etanol Daun Kembang Bulan (Tithonia diversifolia). Majalah Farmaseutik.

Daun, D. A. N., Dengan, K., & Ekstraksi, M. (2019). Prosiding SNST ke-10 Tahun 2019 Fakultas Teknik Universitas Wahid Hasyim.

Febriyenti, F., Suharti, N., Lucida, H., Husni, E., & Sedona, O. (2018). Karakterisasi dan Studi Aktivitas Antioksidan dari Ekstrak Etanol Secang (Caesalpinia sappan L.). Jurnal Sains Farmasi & Klinis.

Gel, A., Optimation, F., Ethanolic, F., & Benincasa, E. (2018). Optimasi Formula Gel Antioksidan Ekstrak Etanol Buah Bligo (Benincasa hispida) dengan Metode Simplex Lattice Design (SLD).

Gracilaria. 2.

Haliza, M. N., Amananti, W., & Santoso, J. (2020). Formulasi sediaan serum spray ekstrak pegagan (Centella asiatica L.) sebagai anti aging alami.

Listiana, F. I. (2022). Kayu secang (Caesalpinia sappan L.) Terhadap Streptococcus mutans potensi antimikroba ekstrak etanol kayu secang (Caesalpinia sappan L .) terhadap Streptococcus mutans.

Meilani, D., & Kusumastuti, M. Y. (2019). Optimasi Formula Gel Ekstrak Etanol Daun Afrika (Vernonia amygdalina) Sebagai Antibakteri Terhadap Pseudomonas aeruginosa dan Staphylococcus epidermidis. Prosiding Sains Tekes Semnas MIPAkes UMRI, I.

Nikmah, S. (2022). Optimasi Konsentrasi Gelling Agent Dan Humektan Terhadap Karakteristik Fisik Sediaan Gel Daun Beluntas (Pluchea Indica L).

Rahmi, M. 2019. Aktivitas Antioksidan Ekstrak Kulit Kayu Secang (Caesalpinia sappan L.) Secara In Vitro.

Rowe, R. C., Sheskey, P. J., & Owen, S. C. (n.d.).(2020) Handbook of Excipient.

Rudy,. (2020). Identifikasi Fitokimia dalam Ekstrak Etanol Kayu Secang (Caesalpinia sappan L .).

Sari dan Suhartati, R., Sari, R (2020). Suhartati Balai Litbang Lingkungan Hidup dan Kehutanan Makassar Jl Perintis Kemerdekaan Km, dan, Selatan, S., & pos, K. (n.d.). Secang (Caesalpinia sappan L.) : Tumbuhan Herbal Kaya Antioksidan.

Sari, A. K., & Saryanti, D. (2021). Optimasi Penggunaan Karbopol dan Na CMC Pada Formula Gel Ekstrak Etanol Daun Kayu Putih (Melaleuca leucadendra L .) dengan Metode Simplex Lattice Design. Jurnal Ilmiah Manuntung, 7(2), 175–181.

Setyawati, (2020). Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, D. (n.d.).

Simplicy, W., & Semarang, U. M. (2018). Pengaruh Konsentrasi Pelarut Etanol terhadap Absorbansi Brazilin pada Simplisia Kayu Secang (Caesalpinia sappan L.) The Effect of Ethanol Solution Concentration on Brazilin Absorbansibility of Secang dibandingkan dengan negara lain di Asia seperti Cina.

Slamet, S., Anggun, B. D., & Pambudi, D. B. (2020). Uji Stabilitas Fisik Formula Sediaan Gel Ekstrak Daun Kelor (Moringa Oleifera Lamk.). Jurnal Ilmiah Kesehatan.

Studi, (2023). (Acalypha wilkesiana Müell . Arg .) dan uji aktivitas antibakteri in vitro terhadap Escherichia coli (Acalypha wilkesiana Müell . Arg .) dan uji aktivitas antibakteri in vitro terhadap Escherichia coli.

Suharti, N., Lucida, H., Husni, E., Sedona, O., Farmasi, F., & Andalas, U. (2018). Karakterisasi dan Studi Aktivitas Antioksidan dari Ekstrak Etanol Secang (Caesalpinia sappan L.).

Suryo, D., Aji,T.R.I., Pertanian, F., & Maret, U. S. (2021). perpustakaan.uns.ac.id digilib.uns.ac.id.

Tanzaq, T. T., Agustina, R. D., Setiawati, K. E., & Cahyani, I. M. (2018). Ekstrak Etanol Kayu Secang (Caesalpinia sappan L.).

Tsabitah, A. F., Zulkarnain, A. K., Wahyuningsih, M. S. H., & Nugrahaningsih,

Ulfa, (2022) Uji Aktivitas Antioksidan Ekstrak Etanol Kayu Secang (Caesalpinia sappan L.) Menggunakan Metode DPPH , ABTS , dan FRAP. (n.d.).