

PENENTUAN STABILITAS SEDIAAN KRIM TABIR SURYA DARI BAHAN EKSTRAK RIMPANG KENCUR (*Kaempferia galanga* L.)

Widji Soeratri, Noor Ifansyah, Diana Fitrianingrum
Fakultas Farmasi Universitas Airlangga Surabaya

ABSTRACT

The objective of this research was to know the chemical stability of the etil para-metoksi sinamat (EPMS) formulated in sunscreen cream of oil in water base. The EPMS was isolated from *Kaempferia galanga* L. tuber pulvis with maceration-percolation method using ethanol 96%. The chemical stability of the EPMS formulated in sunscreen cream of the oil in water base was investigated by keeping the cream at room temperature. At appropriate interval the concentration of EPMS in cream was measured. The results showed that the EPMS formulated in sunscreen cream of oil in water base was unstable at room temperature for 70 days. The concentration of EPMS in cream significantly decreased after 70 days ($p = 0,01$) during keeping at room temperature with the coefficient degradation value (k) = $4.4 \cdot 10^{-3}/\text{day}$.

Key words: stability, tabir surya, *Kaempferia galanga* L., EPMS;

PENGANTAR

Sinar matahari memberikan banyak sekali manfaat bagi kehidupan. Di samping efek yang menguntungkan tersebut, sinar matahari juga mempunyai efek yang sangat merugikan bagi kulit, terutama spektrum sinar ultravioletnya yang dapat menyebabkan eritema (kemerahan) pada kulit, pigmentasi yang berlebihan, penebalan sel tanduk, dan *aging* (penuaan kulit). Pada kasus yang lebih parah, sengatan matahari yang berlebihan dapat menyebabkan kelainan kulit mulai dari dermatitis ringan sampai kanker kulit (Depkes RI, 1985; Kligman, 1985; Kreps dan Goldenberg, 1972; Harry, 1952).

Kulit merupakan pembungkus elastis yang melindungi tubuh dari pengaruh lingkungan luar yang dapat menyebabkan kerusakan fisik, termasuk pancaran radiasi sinar matahari terutama sinar ultraviolet (Harahap, 1990).

Secara alami, kulit mempunyai perlindungan terhadap sengatan sinar matahari yaitu dengan penebalan *stratum corneum* dan pigmentasi kulit. Jika penyinaran matahari terjadi secara berlebihan, jaringan epidermis kulit tidak cukup mampu melawan efek negatif tersebut, sehingga diperlukan perlindungan baik secara fisik dengan menutupi tubuh misal menggunakan payung, topi, atau baju panjang, dan secara kimia dengan menggunakan kosmetika tabir surya (Depkes RI, 1985; Kligman, 1985; Kreps dan Goldenberg, 1972; Harry, 1952).

Berdasarkan mekanisme kerjanya, bahan aktif tabir surya dibagi menjadi 2, yaitu mekanisme fisika (pengeblok fisik) misalnya TiO_2 , ZnO , CaCO_3 , dan kaolin, serta mekanisme kimia (penyerap kimiawi) misalnya senyawa

turunan *para amino benzoic acid* (PABA), turunan benzofenon, turunan sinamat, turunan salisilat (Backer dan Brick, 1963).

Selain bahan-bahan sintesis, bahan aktif tabir surya juga dapat diperoleh dari bahan alam yaitu tumbuhan yang mempunyai kandungan seperti bahan sintesis, misalnya tanaman kencur (*Kaempferia galanga* L.). Tanaman ini mempunyai kandungan kimia antara lain minyak atsiri 2,4–3,9% yang terdiri atas etil para metoksi sinamat (30%), kamfer, borneol, sineol, dan pentadekan. Adanya kandungan etil para metoksi sinamat dalam kencur yang merupakan senyawa turunan sinamat berfungsi sebagai pengeblok kimia antiultraviolet B yang berguna sebagai tabir surya (Inayatullah, 1997; Jani, 1993).

Dalam formulasi, suatu sediaan farmasi harus memenuhi kriteria umum yaitu stabil, baik secara kimia maupun fisika serta efektif dan aman dipakai. Stabilitas obat merupakan suatu periode di mana obat dalam kemasan tertentu yang disimpan dengan cara dan suhu yang sesuai mempunyai kadar yang konstan, yaitu jika pada penentuan kadar dengan metode analisis yang spesifik menghasilkan kadar minimal 90% dari kadar yang ditetapkan dalam label/etiket. Selain itu sediaan harus berbentuk seperti semula, yaitu tidak ada perubahan bentuk, rasa, dan perubahan lain yang dapat ditentukan secara fisika atau kimia (Tjiang, 1978).

Dari hasil penelitian ini diharapkan dapat diketahui stabilitas kimiawi senyawa etil para metoksi sinamat (EPMS) yang diisolasi dari rimpang kencur dan diformulasikan dalam sediaan krim tabir surya.

BAHAN DAN CARA KERJA

Bahan

Bahan yang digunakan adalah serbuk rimpang kencur, metanol *p.a.*, etanol 96% (*p.a.*), heksana (*p.a.*), etil asetat (*p.a.*) dan lempeng silika gel untuk isolasi dan analisis EPMS. Sedangkan untuk membuat sediaan krim tabir surya meliputi serbuk rimpang kencur, asam stearat (*p.g.*), setil alkohol (*p.g.*), isopropil palmitat (*p.g.*), sorbitan monostearat (*p.g.*), polisorbate 60 (*p.g.*), larutan sorbitol 70% (*pg*), nipagin (*p.g.*), nipasol (*p.g.*), dan propilen glikol (*p.g.*). Bahan untuk penetapan stabilitas kimia meliputi metanol (*p.a.*) dan lempeng KLT.

Alat yang digunakan antara lain rangkaian alat isolasi, dan analisis senyawa aktif, rangkaian alat formulasi sediaan dan alat evaluasi yaitu pH meter Fisher Accumet model 230 A, Brookfield Digital Viscometer model LVTDV-II, dan KLT Densitometer.

Cara Kerja

Isolasi EPMS dari rimpang kencur

Isolasi EPMS dari rimpang kencur dilakukan dengan cara maserasi perkolasi selama 24 jam dalam perkolator. Kristal EPMS kotor yang diperoleh dicuci dengan etanol dan direkristalisasi dengan air panas sampai diperoleh kristal EPMS bersih.

Analisis kuantitatif dengan densitometer

Larutan EPMS ditotolkan pada lempeng kromatografi lapis tipis (KLT) dan dianalisis dengan Densitometer pada λ 200–400 nm. Panjang gelombang maksimum ditunjukkan oleh absorbansi tertinggi atau puncak spektrum kromatogram. Linearitas ditentukan dengan larutan baku EPMS dengan konsentrasi 100, 500, 1000, 2000, 3000, dan 4000 ppm. Kemudian dibuat kurva baku antara kadar EPMS dengan luas area puncak, kemudian dicari linearitasnya.

Pembuatan sediaan krim tabir surya

Kristal EPMS (3%) diformulasikan dalam basis krim yang terdiri atas asam stearat (14%), setil alkohol (1%), isopropil palmitat (1%), sorbitan monostearat (2%), polisorbate 60 (3,5%), nipagin (0,05%), nipasol (0,1%), sorbitol 70% (3%), propilen glikol (1,5%), dan aquades sampai 100%.

Uji karakterisasi sediaan

Uji karakterisasi sediaan meliputi organoleptis (bentuk, tekstur, warna, bau), pengukuran viskositas sediaan, pengukuran pH, homogenitas, dan penetapan kadar zat aktif sediaan.

Penetapan kadar EPMS dalam sampel sediaan

Krim dilarutkan dalam metanol *p.a.*, kemudian disaring. Filtrat ditotolkan pada lempeng *silica gel* dan dielus dengan fase gerak *n*-heksan-etil asetat (8 : 2). Setelah itu dilihat noda yang timbul dengan sinar ultraviolet dan dihitung luas areanya dengan densitometer dan dimasukkan ke dalam persamaan kurva baku. Pengamatan dilakukan setiap selang waktu 2 minggu selama 2,5 bulan.

Analisis Data

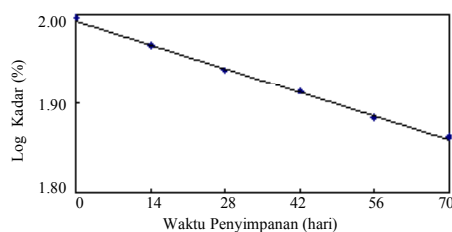
Data yang didapat pada pengamatan kadar EPMS dalam sediaan krim dibuat grafik antara log % kadar EPMS vs waktu. Dari harga *slope* yang diperoleh ditentukan kecepatan degradasi (*k*). Selanjutnya penurunan kadar EPMS dalam sediaan dianalisis secara statistika dengan uji Anova ($p = 0,01$).

HASIL

Dari hasil isolasi lima kg rimpang kencur segar, diperoleh 13,3750 g kristal EPMS. Uji kualitatif kristal dengan KLT menghasilkan *Retention factor* (*Rf*) yang sama dengan pembanding. Uji dengan *Fourier Transform InfraRed Spectroscopy* (FTIR) juga menghasilkan spektra *Infra Red* (IR) yang sama dengan pembanding. Karakteristik sediaan awal menunjukkan bahwa sediaan berwarna putih, bentuk semisolid, tidak berbau, tekstur halus, pH 5,7. Pemeriksaan viskositas sediaan didapatkan hasil 150 *cps*. Hasil pengukuran kadar EPMS dalam sediaan krim dapat dilihat pada Tabel 1 dan Gambar 1 serta Tabel 2 dan Gambar 2.

Tabel 1. Pengukuran kadar EPMS dalam sediaan krim 1

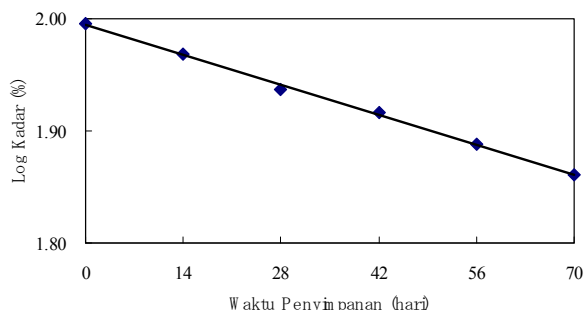
Penyimpanan (hari)	Replikasi Kadar EPMS dalam Krim (%)			Rata-rata (%)	Persentase (%)
	1	2	3		
0	2,94	2,98	3,02	2,98	99,33
14	2,84	2,72	2,76	2,77	92,44
28	2,58	2,60	2,62	2,60	86,67
42	2,46	2,46	2,46	2,46	82,00
56	2,30	2,30	2,30	2,30	76,67



Gambar 1. Kurva hubungan antara log kadar (%) EPMS dalam sediaan krim 1 dan waktu (hari) penyimpanan. Persamaan garis regresi linear: $y = -1,9122 \cdot 10^{-3} x + 1,994$; $r = 0,999$

Tabel 2. Pengukuran kadar EPMS dalam sediaan krim 2

Penyimpanan (hari)	Replikasi Kadar EPMS dalam Krim (%)			Rata-rata (%)	Persentase (%)
	1	2	3		
0	3,00	2,98	2,94	2,97	99,00
14	2,80	2,76	2,80	2,79	92,89
28	2,56	2,60	2,62	2,59	86,44
42	2,50	2,46	2,46	2,47	82,44
56	2,36	2,30	2,30	2,32	77,33
70	2,16	2,20	2,18	2,18	72,67

**Gambar 2.** Kurva hubungan antara log kadar (%) EPMS dalam sediaan krim 2 dan waktu (hari) penyimpanan. Persamaan garis regresi linear: $y = -1,8997.10^{-3} x + 1,9942$; $r = 0,999$

PEMBAHASAN

Pada pemeriksaan pH sediaan didapatkan hasil 5,7 yang masih berada pada rentang pH kulit normal (4,5–6,5) sehingga sediaan tidak menyebabkan iritasi kulit. Viskositas sediaan 150 cps merupakan kekentalan normal sediaan dermatologis sehingga pada pemakaian menimbulkan rasa nyaman.

Tabel 1 dan Gambar 1 menunjukkan penurunan kadar EPMS dalam sediaan krim 1 selama 70 hari penyimpanan pada suhu kamar ($29 \pm 1^\circ \text{C}$). Dengan persamaan regresi linear: $y = -1,9122.10^{-3} x + 1,994$; r hitung = 0,999; r tabel (0,01) = 0,874. Dengan demikian r hitung > r tabel berarti terjadi penurunan kadar secara bermakna. $Slope = 1,9122.10^{-3}$; $k = 4,4.10^{-3}/\text{hari}$; nilai F hitung = 1566,179; nilai F tabel (0,01) = 16,26. Jadi, F hitung lebih besar dari F tabel (terjadi penurunan kadar secara bermakna).

Tabel 2 dan Gambar 2 menunjukkan penurunan kadar EPMS dalam sediaan krim 2 selama 70 hari penyimpanan pada suhu kamar ($29 \pm 1^\circ \text{C}$). Persamaan regresi linear $y = -1,8997.10^{-3} x + 1,9942$; r hitung = 0,999; r tabel (0,01) = 0,874. Berarti r hitung > r tabel dan berarti pula terjadi penurunan kadar secara bermakna. $Slope = -1,8997.10^{-3}$; $k = 4,38.10^{-3}/\text{hari}$ F hitung = 2867,247; F tabel (0,01) = 16,26. F hitung > F tabel berarti terjadi penurunan kadar secara bermakna.

Evaluasi sediaan dilakukan dengan metode konvensional, yaitu dengan menempatkan sediaan pada suhu kamar ($29 \pm 1^\circ \text{C}$). Hal ini berdasarkan pertimbangan bahwa bila dilakukan metode kenaikan suhu sediaan krim akan rusak (berubah bentuk) bila terjadi peningkatan suhu sehingga pemeriksaan stabilitas bahan aktif sulit dilakukan. Sediaan diletakkan dalam wadah tertutup rapat dan terlindung dari sinar matahari untuk aktivasi molekul sehingga dapat mencegah terjadinya peruraian obat. Pada pemeriksaan dengan densitometer terlihat jelas bahwa kadar EPMS menurun cukup tajam dalam jangka waktu relatif pendek. Hal ini kemungkinan karena EPMS dalam sediaan krim tipe minyak dalam air mengalami hidrolisis akibat kandungan air dalam basis krim, sehingga sebagian EPMS terhidrolisis menjadi asam para metoksi sinamat (APMS). Berdasarkan hasil penelitian, diketahui bahwa sediaan krim mengalami penurunan kadar menurut reaksi order satu, dengan nilai k rata-rata $4,4.10^{-3}/\text{hari}$, atau waktu paruh sebesar 157,5 hari.

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa senyawa etil para metoksi sinamat (EPMS) yang diformulasikan dalam sediaan krim tabir surya yang diformulasikan dengan basis berfasa air tidak stabil dalam penyimpanan selama 70 hari pada suhu kamar dan mengalami penurunan kadar secara bermakna pada derajat kepercayaan 0,01.

KEPUSTAKAAN

- Backer, CA and Brink BRC, 1963. Flora of Java, vol. I, NV Noordhoof Groningen, The Netherlands, 68.
- Tjiang BJ, 1978. Kriteria dan Penetapan Stabilitas Obat, *Proceeding Kongres Ilmiah Farmasi III*, Yogyakarta, 17–20 Juli, 47–50.
- Departemen Kesehatan RI, 1985. Formularium Kosmetik Indonesia, Direktorat Jenderal POM, Jakarta, 34–36, 399–429.
- Harahap, M, 1990. *Penyakit Kulit*. PT Gramedia, Jakarta, 1–4.
- Harry, RG, 1952. *Harry's Cosmeticology: The Principles and Practise of Modern Cosmetics*, 6th ed. Leonard Hill Book, London, 306–320, 702–705.
- Inayatullah, MS, 1997. Standarisasi Rimpang Kencur dengan Parameter Etil Para Metoksi Sinamat dan Asam Para Metoksi Sinamat, Skripsi Fakultas Farmasi Universitas Airlangga.
- Jani, 1993. Uji Aktivitas Tabir Matahari Senyawa Etil para metoksi transsinamat dari Rimpang Kencur (*Kaempferia galanga, L.*) Skripsi Fakultas Farmasi Universitas Surabaya, Surabaya.
- Kligman LH, 1985. Protective Effect of Sunscreen against Photoaging: Drug and Cosmetic Industry, 30–34.
- Kreps, SI, Goldenberg, 1972. Suntan Preparations In: Balsam MS, Sagarin E, eds. *Cosmetics, Science and Technology*, 2nd ed. John Willey and Sons Inc; New York, 241–305.