

**OPTIMASI EMULGEL ZINC OXIDE NANOPARTIKEL DENGAN
CARBOPOL 940 SEBAGAI *GELLING AGENT* DAN PROPILEN GLIKOL
SEBAGAI HUMEKTAN DAN UJI AKTIVITAS TABIR SURYA SECARA *IN*
*VITRO***



**Disusun sebagai salah satu syarat menyelesaikan Program Studi Strata I pada Fakultas
Farmasi**

Oleh:

VALENTINA HELDA ANDRIANY

K 100 140 116

**PROGRAM STUDI FARMASI
FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS MUHAMMADIYAH SURAKARTA
2018**

HALAMAN PERSETUJUAN

**OPTIMASI EMULGEL ZINC OXIDE NANOPARTIKEL
DENGAN CARBOPOL 940 SEBAGAI *GELLING AGENT*
DAN PROPILEN GLIKOL SEBAGAI HUMEKTAN DAN
UJI AKTIVITAS TABIR SURYA SECARA *IN VITRO***

PUBLIKASI ILMIAH

oleh:

VALENTINA HELDA ANDRIANY

K 100 140 116

Telah diperiksa dan disetujui untuk diuji oleh:

Dosen Pembimbing



Erindyah Retno Wikantyasning, Ph.D., Apt.

NIK.868

HALAMAN PENGESAHAN

**OPTIMASI EMULGEL ZINC OXIDE NANOPARTIKEL
DENGAN CARBOPOL 940 SEBAGAI *GELLING AGENT*
DAN PROPILEN GLIKOL SEBAGAI HUMEKTAN DAN
UJI AKTIVITAS TABIR SURYA SECARA *IN VITRO***

OLEH

VALENTINA HELDA ANDRIANY

K 100 140 116

**Telah dipertahankan di depan Dewan Penguji
Fakultas Farmasi
Universitas Muhammadiyah Surakarta
Pada hari Senin, 26 Februari 2018
dan dinyatakan telah memenuhi syarat**

Dewan Penguji:

- | | |
|---|---------|
| 1. Gunawan Setiyadi, M.Sc., Apt.
(Ketua Dewan Penguji) | (.....) |
| 2. Ika Trisharyanti DK., M.Farm., Apt.
(Anggota I Dewan Penguji) | (.....) |
| 3. Erindyah Retno W., Ph.D., Apt.
(Anggota II Dewan Penguji) | (.....) |

Dekan,


Azis Saifudin, Ph.D., Apt.
NIK. 956

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa dalam naskah publikasi ini tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu perguruan tinggi dan sepanjang pengetahuan saya juga tidak terdapat karya atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan orang lain, kecuali secara tertulis diacu dalam naskah dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Apabila kelak terbukti ada ketidakbenaran dalam pernyataan saya di atas, maka akan saya pertanggungjawabkan sepenuhnya.

Surakarta, 26 Januari 2018

Penulis



VALENTINA HELDA ANDRIANY

K 100 140 116

OPTIMASI EMULGEL ZINC OXIDE NANOPARTIKEL DENGAN CARBOPOL 940 SEBAGAI GELLING AGENT DAN PROPILEN GLIKOL SEBAGAI HUMEKTAN DAN UJI AKTIVITAS TABIR SURYA SECARA IN VITRO V

ABSTRAK

Radiasi sinar UV yang terlalu lama pada kulit dapat menyebabkan timbulnya penyakit kulit seperti kanker kulit dan reaksi alergi pada cahaya. Untuk itu dibutuhkan suatu produk yang dapat melindungi kulit dari radiasi sinar matahari, yaitu tabir surya. Zinc oxide merupakan salah satu bahan yang digunakan dalam produk tabir surya. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui formula optimum dan aktivitas tabir surya emulgel zinc oxide nanopartikel dengan Carbopol 940 sebagai *gelling agent* dan propilen glikol sebagai humektan. Zinc oxide nanopartikel disintesis dengan metode sol-gel dan dikarakterisasi dengan *Particel Size Analyser* (PSA). Zinc oxide nanopartikel diformulasikan dalam emulgel. Empat formula emulgel dibuat dengan kombinasi Carbopol 940 level rendah 0,5% atau level tinggi 2% dengan propilen glikol level rendah 5% atau level tinggi 15% sesuai dengan metode desain faktorial. Evaluasi sediaan meliputi penampakan fisik, pH, viskositas, daya lekat, daya sebar, dan aktivitas tabir surya yang ditunjukkan dengan nilai SPF menggunakan spektrofotometer UV. Hasil penelitian menunjukkan bahwa rata-rata ukuran partikel zinc oxide nanopartikel yang telah disintesis adalah $160 \text{ nm} \pm 15,49$ dengan rata-rata ukuran agregat $565,23 \text{ nm} \pm 311,10$. Formula emulgel yang optimum mengandung Carbopol 940 sebanyak 0,76% dan propilen glikol sebanyak 5,00%. Berdasarkan uji verifikasi dari formula optimum, penampakan fisik emulgel berwarna putih kekuningan, homogen, dan tidak terjadi pemisahan fase, pH sediaan sebesar 6, viskositas 400 dPas, daya lekat 4,607 detik, daya sebar 3,817 cm. Emulgel dengan penambahan 0,2% zinc oxide nanopartikel menunjukkan adanya aktivitas tabir surya dengan SPF 5,875.

Kata kunci: emulgel, SPF, Zinc oxide Nanopartikel.

ABSTRACT

Long exposure of UV radiation on the skin can increase the risk of skin diseases such as skin cancer dan photoallergic. So a product that can protect the skin from UV radiation is needed, ie sunscreen. Zinc oxide is one of the materials used in sunscreen product formulation. The purpose of this study was to determine optimum formula and sunscreen activity of emulgel zinc oxide nanoparticles with Carbopol 940 as gelling agent and propylene glycol as humectant. Zinc oxide nanoparticles were synthesized by sol-gel method and characterized by Particle Size Analyser (PSA). Zinc oxide nanoparticles were formulated in emulgel. Four emulgel formulas were prepared with combination of 0,5% low level or 2% high level Carbopol 940 and 5% low level or 15% high level propylene glycol according to factorial design method. Evaluation of the emulgel included physical appearances, pH, viscosity, adhesive ability, spreadability, and sunscreen acticity indicated by SPF using spectrophotometer UV. The results showed that the average particle size of zinc oxide nanoparticles were $160 \text{ nm} \pm 15,49$ and the aggregates were $565,23 \text{ nm} \pm 311,10$. The optimum emulgel formula contained 0,76%

Carbopol 940 and 5,00% propylene glycol. Based on the verification test of the optimum formula, the physical appearances of the emulgel were yellowish-white, homogeneous, and no phase separation occurred, pH 6, viscosity 400 dPas, adhesive ability 4,607 sec, spreadability 3,817 cm. Emulgel with addition 0,2% zinc oxide nanoparticles has sunscreen activity with SPF 5,875.

Keywords: emulgel, SPF, Zinc oxide Nanoparticles.

1. PENDAHULUAN

Radiasi sinar UV yang terlalu lama pada kulit dapat menyebabkan timbulnya penyakit kulit seperti kanker kulit dan reaksi alergi pada cahaya (Ebrahimzadeh *et al.*, 2014). Untuk itu dibutuhkan produk yang dapat melindungi kulit dari radiasi sinar matahari, yaitu tabir surya (Grether-Beck *et al.*, 2014). Kosmetik dengan ZnO nanopartikel menunjukkan SPF yang lebih tinggi (SPF 3,65) dibanding kosmetik dengan ZnO konvensional (SPF 1,29) (Singh and Nanda, 2014). SPF merupakan nilai yang menunjukkan efektivitas tabir surya dalam melindungi kulit dari radiasi sinar matahari yang menyebabkan *sunburn* (Herzog *et al.*, 2017).

Menurut penelitian Patil *et al* (2014), emulgel dengan Carbopol dan propilen glikol mempunyai sifat fisik yang baik ditunjukkan dengan tidak adanya pemisahan fase, homogen, dan konsistensinya baik, serta tidak ada perubahan pH yang signifikan (Patil *et al.*, 2014). Carbopol sebagai *gelling agent* berfungsi untuk meningkatkan konsistensi sediaan (Kumar *et al.*, 2015). Propilen glikol sebagai humektan (Rowe *et al.*, 2009). Humektan dapat menarik kelembapan pada kulit, meningkatkan kelarutan bahan yang lain, dan memperbaiki estetika sediaan. Propilen glikol akan membuat sediaan terasa lebih halus dan tidak terasa lengket (Draelos and Thaman, 2006).

2. METODE

2.1 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian adalah alat-alat gelas (Pyrex), timbangan analitik (Ohaus), hot plate magnetic stirrer (Thermo Scientific CIMAREC), oven (Mettler), Particle Size Analyser (SZ-100 Nano Partica Horiba), kompor, spektrofotometer UV-VIS (GENESIS TM 10 Series), kuvet (Hemmet), pH stik, sonikator (Brasonic), Viskosimeter RION VT-04E, gelas obyek, anak timbang. Bahan yang digunakan dalam penelitian adalah zinc asetat dihidrat ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) (Merck, p.a), akuades (Brataco), etanol absolut (Merck, p.a), H_2O_2 30% (Merck, p.a), Zinc oxide nanopartikel (sintesis), Carbopol 940, propilen glikol (Brataco), minyak zaitun, Span 20, Tween 20, metil paraben (Brataco), propil paraben (Brataco), BHT (Brataco), EDTA (Brataco).

2.2 Jalannya penelitian

2.2.1 Sintesis Zinc Oxide Nanopartikel

Zinc asetat dihidrat sebanyak 12,6 g dilarutkan dalam akuades 400 ml dengan pengadukan konstan. Larutan dipanaskan hingga suhu 50°C kemudian ditambahkan 600 ml etanol absolut. Ditambahkan 9,4 ml H₂O₂ 30% tetes demi tetes pada dinding hingga diperoleh larutan yang hampir jernih. Larutan diinkubasi selama 24 jam. Dilakukan sentrifugasi untuk mengambil endapan yang terbentuk. ZnO nanopartikel dicuci dengan akuades untuk menghilangkan produk samping, selanjutnya dikeringkan pada suhu 80°C (Alwan *et al.*, 2015; Zhelsiana and Wikantyasning, 2017).

2.2.2 Karakterisasi Zinc Oxide Nanopartikel

Ukuran partikel ZnO nanopartikel dibaca menggunakan *Particle Size Analyser*.

2.2.3 Formulasi Emulgel

Optimasi dilakukan dengan *software Design Expert v.11 (Trial)* menggunakan metode desain faktorial. Formulasi emulgel ZnO nanopartikel dengan optimasi Carbopol 940 dan propilen glikol ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Formulasi emulgel sesuai penelitian Kumar *et al* (2014) dan Priani *et al* (2012) dengan modifikasi

Bahan (g)	F1	F2	F3	F4
ZnO NPs	0,2	0,2	0,2	0,2
Carbopol 940	0,5	2	0,5	2
Propilenglikol	5	5	15	15
Minyak zaitun	20	20	20	20
Span 20	2,1	2,1	2,1	2,1
Tween 20	0,9	0,9	0,9	0,9
Metil paraben	0,03	0,03	0,03	0,03
Propil paraben	0,01	0,01	0,01	0,01
BHT	0,02	0,02	0,02	0,02
EDTA	0,02	0,02	0,02	0,02
Aquades (ad)	100	100	100	100

Preparasi emulgel dilakukan dengan membuat basis gel dan basis emulsi. Fase minyak emulsi (A) dibuat dengan melarutkan Span 20 dan BHT dalam minyak zaitun. Fase air emulsi (B) dibuat dengan melarutkan EDTA dan Tween 20 ke dalam akuades. ZnO NPs, metil paraben, propil paraben dilarutkan dalam propilen glikol (C). C dilarutkan dalam B dengan pengadukan konstan. A dan B dipanaskan secara terpisah pada suhu 60 - 70°C. A ditambahkan pada B dengan pengadukan konstan hingga suhu turun sampai pada suhu ruang. Basis gel dibuat dengan melarutkan Carbopol 940 pada akuades (D), kemudian didiamkan semalam. Ditambahkan triethanolamine hingga pH basis gel 6 - 7. Basis emulsi dicampurkan pada basis gel dengan pengadukan hingga terbentuk emulgel (Kumar *et al.*, 2014; Priani *et al.*, 2012).

2.2.5 Evaluasi Sifat Fisik Sediaan

Evaluasi sediaan meliputi pengamatan penampakan fisik emulgel secara visual (warna, homogenitas, dan pemisahan fase), pH, viskositas, daya sebar, dan daya lekat serta stabilitas sediaan dalam 4 minggu penyimpanan dalam suhu ruang.

2.2.6 Uji Aktivitas Tabir Surya

Seratus (100) mg sampel dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml kemudian ditambahkan air hingga batas. Dilakukan sonifikasi selama 5 menit. Diambil 1 ml larutan, dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml dan ditambahkan air hingga batas. Pembacaan absorbansi dilakukan setiap 5 nm dalam rentang λ 290 - 320 nm dengan spektrofotometer UV. Setiap pembacaan absorbansi diulangi 3 kali. Digunakan air sebagai blanko. SPF dihitung menggunakan rumus Mansur (1986).

$$\text{SPF}_{\text{spectrophotometric}} = \text{CF} \times \sum_{290}^{320} \text{EE}(\lambda) \times I(\lambda) \times \text{Abs}(\lambda) \dots\dots\dots (1)$$

EE - *erythema effect spectrum*, I – spektrum intensitas cahaya, Abs – absorbansi tabir surya, CF – faktor koreksi (=10). Besar EE dan I konstan. EE dan I ditentukan menurut Sayre *et al* (1979) (Tabel 2).

Tabel 2. Normalized product function untuk menghitung SPF (Sayre *et al.*, 1979)

λ	EE x I (normalized)
290	0,0150
295	0,0817
300	0,2874
305	0,3278
310	0,1864
315	0,0839
320	0,0180
Jumlah	1

2.2.7 Analisis Data

Data dianalisis dengan *software Design Expert v.11 (Trial)* sehingga diperoleh formula yang optimum. Formula optimum tersebut dilakukan verifikasi dan hasil uji yang diperoleh dibandingkan dengan nilai prediksi dengan *one sample T-test*.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1.1 Sintesis Zinc Oxide Nanopartikel

Hasil sintesis diperoleh serbuk halus berwarna putih sebanyak 861,41 mg dengan rendemen 6,84%.

3.1.2 Karakterisasi Zinc Oxide Nanopartikel

Rata-rata ukuran partikel ZnO NPs yang telah disintesis adalah $160 \text{ nm} \pm 15,49$ dengan rata-rata ukuran agregat $565,23 \text{ nm} \pm 311,10$ (Tabel 3). Berdasarkan penelitian Alwan *et al* (2015), ukuran partikel ZnO NPs yang disintesis dengan metode sol-gel antara 100 - 200 nm. Adanya agregasi dikarenakan ZnO nanopartikel terus tumbuh setelah proses sintesis, bahkan setelah disimpan pada suhu ruang. *Polydispersity Index* (PI) merupakan nilai yang mengkuantifikasi lebar distribusi partikel (Horiba, 2017). PI ZnO NPs yang disintesis adalah $0,467 \pm 0,03$. Menurut Ng *et al* (2017) kebanyakan ZnO NPs membentuk aglomerasi dan polidispersi. ZnO NPs mempunyai rentang distribusi yang lebar dengan $\text{PI} > 0,1$.

Tabel 3. Hasil pembacaan ukuran partikel zinc oxide nanopartikel dengan PSA

Hasil	Rata-rata (nm)
Ukuran partikel	160,00 ± 15,49
Ukuran agregat	565,23 ± 311,10
PI	0,467 ± 0,03

3.1.3 Evaluasi Sediaan

Penampakan fisiknya emulgel yaitu berwarna putih kekuningan, homogen, dan tidak terjadi pemisahan fase (Gambar 1). Hasil evaluasi sediaan emulgel berupa viskositas, daya lekat, daya sebar, pH, dan stabilitas ditunjukkan pada Tabel 4.

**Gambar 1. Formulasi emulgel****Tabel 4. Evaluasi sediaan emulgel**

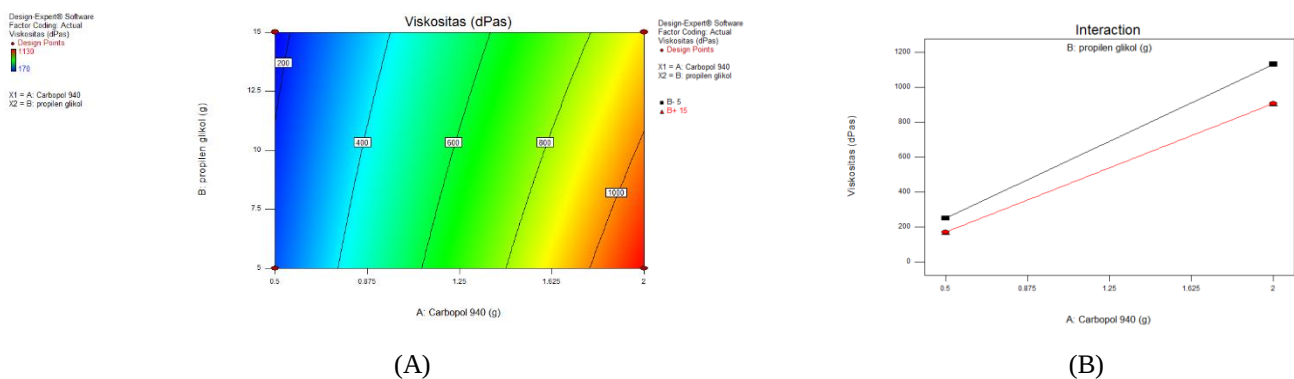
No	Uji	F1	F2	F3	F4
1	Viskositas (dPas)	250 ± 36,06	1130 ± 36,06	170 ± 10,00	906,67 ± 11,55
2	Daya lekat (detik)	06,27 ± 0,25	06,64 ± 0,25	04,58 ± 0,21	06,56 ± 0,07
3	Daya sebar (cm)	4,43 ± 0,15	3,13 ± 0,15	4,52 ± 0,19	3,23 ± 0,10
4	Stabilitas				
	Warna	putih kekuningan	putih kekuningan	putih kekuningan	putih kekuningan
	Homogenitas	homogen	homogen	homogen	homogen
	Pemisahan fase	tidak ada	tidak ada	tidak ada	tidak ada
	pH	5 - 6	4 - 5	5 - 6	5

3.1.3.1 Viskositas

Uji viskositas dilakukan untuk mengetahui tahanan suatu cairan untuk mengalir. Peningkatan viskositas menyebabkan tahanan sediaan untuk mengalir semakin meningkat (Afianti and Murrukmiyadi, 2015; Zatz and Kushla, 1996). Persyaratan viskositas sediaan semisolid berada pada rentang 40 – 400 dPas (Wasitaatmadja, 1997; Genatrika *et al.*, 2016). F1 dan F3 sesuai dengan persyaratan, sedangkan F2 dan F4 tidak memenuhi persyaratan tersebut (Tabel 4).

Gambar 2 (A) menunjukkan bahwa kombinasi Carbopol 940 level tinggi dan propilen glikol level rendah sampai tinggi berada pada area merah, artinya kombinasi tersebut menunjukkan tingkat viskositas tinggi. Kombinasi Carbopol 940 level rendah dan propilen glikol level rendah sampai tinggi berada pada area biru, artinya kombinasi tersebut menunjukkan tingkat viskositas rendah.

Gambar 2 (B) menunjukkan bahwa pada propilen glikol level rendah, kenaikan level Carbopol 940 dapat meningkatkan viskositas (garis hitam) dan pada propilen glikol level tinggi, kenaikan level Carbopol 940 juga dapat meningkatkan viskositas (garis merah). Menurut Zatz and Kushla (1996) peningkatan kadar *gelling agent* menyebabkan matriks yang terbentuk semakin kuat, sehingga viskositas meningkat. Menurut Islam *et al* (2004) netralisasi *gelling agent* dengan TEA menyebabkan partikel-partikel yang mengembang membentuk struktur yang tersusun rapat sehingga membentuk suatu struktur jaringan, selain itu terjadinya ikatan antara rantai-rantai panjang dan rantai-rantai samping partikel-partikel juga dapat membantu membentuk struktur jaringan (Islam *et al.*, 2004). Penurunan viskositas disebabkan karena struktur jaringan yang terbentuk tidak kuat. Adanya propilen glikol dapat menurunkan kekuatan struktur tersebut (Cho *et al.*, 2009).

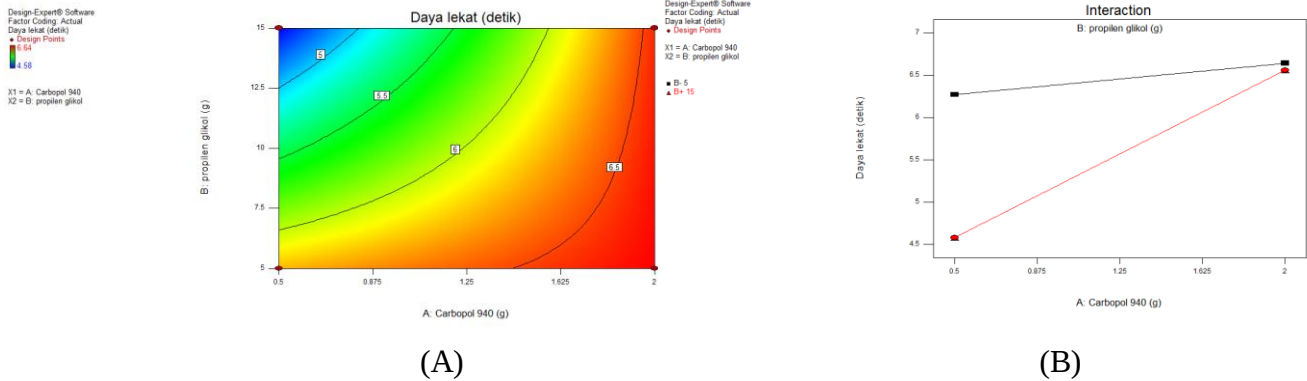


Gambar 2. Contour plot viskositas emulgel (A), interaksi level Carbopol 940 dan propilen glikol terhadap viskositas emulgel (B)

3.1.3.2 Daya lekat

Uji daya lekat dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui kemampuan sediaan untuk melekat pada kulit. Tidak terdapat persyaratan khusus daya lekat sediaan semipadat, tetapi sebaiknya > 1 detik (Afianti and Murrukmiyadi, 2015). Daya lekat semua formula > 1 detik (Tabel 4).

Gambar 3 (A) menunjukkan bahwa kombinasi Carbopol 940 level tinggi dengan propilen glikol level rendah hingga tinggi berada pada area merah, artinya kombinasi tersebut menunjukkan tingkat daya lekat yang tinggi. Kombinasi Carbopol 940 level rendah dengan propilen glikol level tinggi berada pada area biru, artinya kombinasi tersebut menunjukkan tingkat daya lekat yang rendah. Gambar 3 (B) menunjukkan bahwa pada propilen glikol level rendah, kenaikan level Carbopol 940 dapat meningkatkan daya lekat (garis hitam), dan pada propilen glikol level tinggi, kenaikan Carbopol 940 juga dapat meningkatkan daya lekat (garis merah). Menurut Fitriana *et al* (2015) daya lekat sediaan dipengaruhi oleh viskositasnya. Peningkatan viskositas menyebabkan daya lekat semakin meningkat.

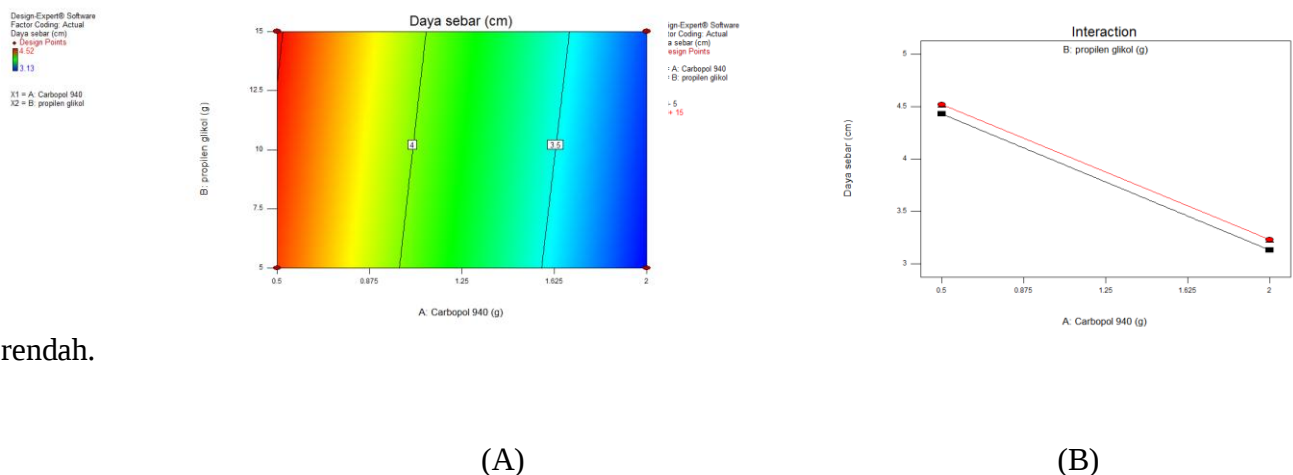


Gambar 3. Contour plot daya lekat emulgel (A), interaksi level Carbopol 940 dan propilen glikol terhadap daya lekat emulgel (B)

3.1.3.3 Daya sebar

Daya sebar merupakan uji yang dilakukan untuk mengetahui kemudahan sediaan untuk diaplikasikan (Kumar *et al.*, 2014). Daya sebar sediaan semipadat yang baik ditunjukkan dengan diameter penyebaran ≤ 5 cm (Garg *et al.*, 2002). Diameter penyebaran semua formula sesuai dengan persyaratan tersebut (Tabel 4).

Gambar 4 (A) menunjukkan bahwa kombinasi Carbopol 940 level rendah dan propilen glikol level rendah sampai tinggi berada pada area merah, artinya kombinasi tersebut menunjukkan tingkat daya sebar yang tinggi. Kombinasi Carbopol 940 level tinggi dengan propilen glikol level rendah sampai tinggi berada pada area biru, artinya kombinasi tersebut menunjukkan tingkat daya sebar yang



rendah.

Gambar 4. Contour plot daya sebar emulgel (A), interaksi level Carbopol 940 dan propilen glikol terhadap daya sebar emulgel (B)

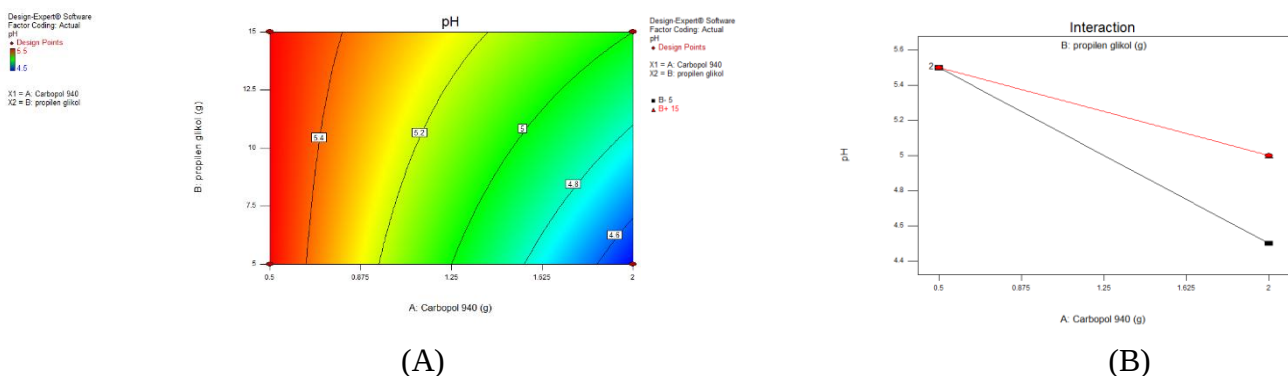
Gambar 4 (B) menunjukkan bahwa pada propilen glikol level rendah, kenaikan level Carbopol 940 dapat menurunkan daya sebar (garis hitam) dan pada propilen glikol level tinggi, peningkatan level Carbopol 940 juga dapat menurunkan daya sebar (garis merah). Menurut Garg *et al* (2002) daya sebar dipengaruhi viskositas sediaan, semakin tinggi viskositas maka semakin turun daya sebar

sediaan. Peningkatan konsentrasi *gelling agent* menyebabkan struktur yang terbentuk semakin kuat, sehingga sediaan sulit untuk menyebar (Zatz and Kushla, 1996). Tetapi peningkatan konsentrasi propilen glikol dapat meningkatkan daya sebar, sehingga memudahkan sediaan untuk diaplikasikan (Toedt *et al.*, 2005).

3.1.3.4 pH

pH kulit manusia adalah 4,5 - 6,5 (Draelos and Thaman, 2006), sehingga sediaan topikal harus mendekati rentang tersebut untuk menghindari terjadinya iritasi (Acosta *et al.*, 2015).

Gambar 5(A) menunjukkan bahwa kombinasi Carbopol 940 level tinggi dengan propilen glikol level tinggi berada pada daerah yang berwarna biru, artinya kombinasi tersebut menunjukkan tingkat pH yang rendah. Kombinasi Carbopol 940 level tinggi dengan propilen glikol level tinggi berada pada daerah yang berwarna merah, artinya kombinasi tersebut menunjukkan tingkat pH yang tinggi. Gambar 5 (B) menunjukkan bahwa pada propilen glikol level rendah, kenaikan level Carbopol 940 dapat menurunkan pH sediaan (garis hitam) dan pada propilen glikol level tinggi, kenaikan level Carbopol 940 dapat menurunkan pH sediaan (garis merah). Bahan-bahan dalam formulasi berkontribusi pada pH sediaan. Carbopol jika terdispersi dalam air mempunyai pH 2,5 – 4,0, namun penambahan agen penetralisasi (TEA) dapat meningkatkan pH (Rowe *et al.*, 2009). pH propilen glikol adalah 3 – 6 (Dwiastuti, 2010). Adanya penambahan propilen glikol yang asam dapat menurunkan pH dispersi Carbopol 940 yang telah dinetralisasi.



Gambar 5. Contour plot daya pH emulgel (A), **Interaksi level Carbopol 940 dan propilen glikol terhadap pH emulgel (B)**

3.1.4 Aktivitas tabir surya

Emulgel dengan penambahan ZnO NPs 0,2% menunjukkan SPF yang lebih tinggi dibanding dengan emulgel tanpa penambahan ZnO NPs (Tabel 5). Tabir surya dengan SPF 2 - 15 dikategorikan sebagai produk dengan daya proteksi rendah (Food and Drug Administration, 1999). Menurut uji statistik *t-test: paired two samples for means*, terdapat perbedaan SPF emulgel tanpa penambahan

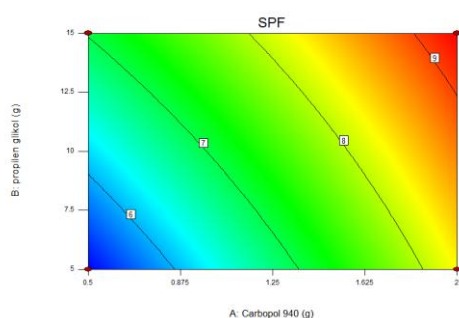
ZnO nanopartikel dibanding emulgel dengan penambahan ZnO nanopartikel pada F1, F3, dan F4, ditunjukkan dengan $t_{stat} > t_{critical}$. Tetapi pada F2 tanpa penambahan ZnO NPs dibanding dengan adanya penambahan ZnO NPs tidak terdapat perbedaan yang signifikan, ditunjukkan $t_{stat} < t_{critical}$.

Gambar 6 (A) menunjukkan bahwa kombinasi Carbopol 940 level rendah dengan propilen glikol level rendah berada pada area biru, artinya kombinasi tersebut menunjukkan tingkat SPF yang rendah. Kombinasi Carbopol 940 level tinggi dengan propilen glikol level rendah sampai tinggi berada pada area merah, artinya kombinasi tersebut menunjukkan tingkat SPF yang tinggi. Gambar 6 (A) menunjukkan bahwa pada propilen glikol level rendah, kenaikan level Carbopol 940 dapat meningkatkan SPF (garis hitam) dan pada propilen glikol level tinggi, kenaikan level Carbopol 940 juga dapat meningkatkan SPF (garis merah). Bahan-bahan dalam formulasi dimungkinkan berkontribusi dalam aktivitas tabir surya. Menurut Saraf and Kaur (2010) minyak zaitun mempunyai aktivitas tabir surya yang ditunjukkan dengan SPF 7,549. Carbopol merupakan suatu agen pengental. Penggunaan agen pengental dapat meningkatkan viskositas sediaan. Jika viskositas meningkat maka SPF sediaan meningkat (Sohn *et al.*, 2014; Sohn *et al.*, 2016).

Tabel 5. Hasil uji aktivitas tabir surya

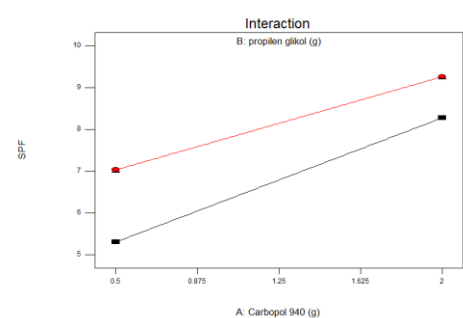
Formula	SPF basis emulgel	SPF emulgel ZnO NPs	t_{stat} (t hitung)	$t_{critical}$	Kesimpulan
1	2,627 ± 0,05	5,303 ± 0,34	13,203	4,303	Berbeda signifikan
2	8,008 ± 0,05	8,276 ± 0,18	3,499	4,303	Berbeda tidak signifikan
3	3,759 ± 0,26	7,029 ± 0,29	29,622	4,303	Berbeda signifikan
4	8,980 ± 0,05	9,262 ± 0,03	17,683	4,303	Berbeda signifikan

Design-Expert® Software
Factor Coding: Actual
SPF
• Design Points
• 2,627
• 5,303
X1 = A: Carbopol 940
X2 = B: propilen glikol



(A)

Design-Expert® Software
Factor Coding: Actual
SPF
• Design Points
• B: 5
• B: 15
X1 = A: Carbopol 940
X2 = B: propilen glikol



(B)

Gambar 6. Contour plot daya SPF emulgel (A), Interaksi level Carbopol 940 dan propilen glikol terhadap SPF emulgel (B)

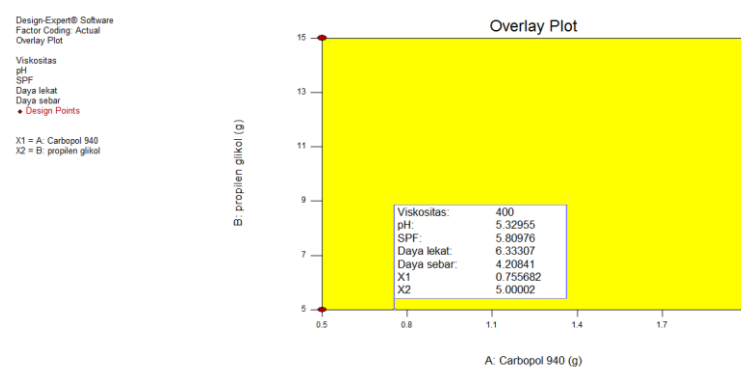
3.1.5 Stabilitas

Uji stabilitas dilakukan untuk memastikan bahwa sediaan yang dibuat tetap mempertahankan sifat fisiknya (Kumar *et al.*, 2014). Kriteria warna sediaan diterima jika warna tetap konsisten selama masa penyimpanan (Chang *et al.*, 2013). Homogenitas diketahui untuk menentukan bahwa formulasi

sediaan bercampur merata (Afianti and Murrukumihadi, 2015), selain itu untuk memastikan bahwa tidak terjadi pemisahan fase (Chang *et al.*, 2013). Adanya perubahan pH menunjukkan telah terjadi kerusakan komponen dalam formulasi (Putra *et al.*, 2013). Tidak terdapat perubahan pada warna, homogenitas, pemisahan fase, dan pH sediaan dalam 4 minggu penyimpanan di suhu ruang. Sehingga dapat disimpulkan bahwa keempat formula dengan perbedaan konsentrasi Carbopol 940 dan propilen glikol menghasilkan sediaan yang stabil.

3.1.6 Prediksi dan Verifikasi Formula Optimum

Prediksi formula emulgel yang optimum berdasarkan metode desain faktorial mengandung Carbopol 940 sebanyak 0,76% dan propilen glikol sebanyak 5,00% (Gambar 7).



Gambar 7. Contour plot super imposed emulgel dengan Carbopol 940 dan propilen glikol

Prediksi formula optimum yang diperoleh kemudian dilakukan verifikasi. Hasil verifikasi formula optimum terdapat pada Tabel 6. Berdasarkan uji *one sample t test* viskositas, SPF, daya lekat, dan daya sebar menunjukkan t tabel lebih besar dibanding t hitung, hal ini menunjukkan bahwa tidak terdapat perbedaan yang bermakna antara hasil prediksi dan hasil uji verifikasi dari respon tersebut. pH tidak dianalisis dikarenakan SD sama dengan nol.

Tabel 6. Verifikasi formula optimum

Uji	Hasil prediksi	Hasil uji	T hitung	T tabel	Kesimpulan
Viskositas (dPas)	400	400 ± 26,46	0	4,303	Berbeda tidak signifikan
pH	5,330	6 ± 0,00	-	4,303	Tidak dianalisis
SPF	5,810	5,875 ± 0,12	0,934	4,303	Berbeda tidak signifikan
Daya lekat (detik)	6,333	4,607 ± 0,44	-6,856	4,303	Berbeda tidak signifikan
Daya sebar (cm)	4,208	3,817 ± 0,03	-23,480	4,303	Berbeda tidak signifikan

4. PENUTUP

Formula optimum emulgel berdasarkan metode desain faktorial mengandung Carbopol 940 0,76% dan propilen glikol 5,00%. Emulgel yang mengandung 0,2% ZnO NPs menunjukkan adanya aktivitas tabir surya. Sintesis ZnO NPs diperoleh rendemen yang rendah, untuk itu perlu mencari

metode lain agar rendemen yang diperoleh lebih tinggi. Uji pH sebaiknya dilakukan menggunakan pHmeter sehingga nilai pH sediaan yang didapatkan lebih spesifik.

DAFTAR PUSTAKA

- Acosta N., Sánchez E., Calderón L., Cordoba-Diaz M., Cordoba-Diaz D., Dom S. and Heras A., 2015, Physical Stability Studies of Semi-solid Formulations from Natural Compounds Loaded with Chitosan Microspheres, *Marine Drugs*, 13 (9), 5901–5919.
- Afianti H.P. and Murrukmiyadi M., 2015, Pengaruh Variasi Kadar Gelling Agent Antibakteri Sediaan Gel Ekstrak Etanolik Kemangi (*Ocimum basilicum* L. forma citratum Back.), *Majalah Farmaseutik*, 11 (2), 307–315.
- Alwan R.M., Kadhim Q.A., Sahan K.M., Ali R.A., Mahdi R.J., Kassim N.A. and Jassim A.N., 2015, Synthesis of Zinc Oxide Nanoparticles via Sol – Gel Route and Their Characterization, *Nanoscience and Nanotechnology*, 5 (1), 1–6.
- Chang R.-K., Raw A., Lionberger R. and Yu L., 2013, Generic Development of Topical Dermatologic Products: Formulation Development, Process Development, and Testing of Topical Dermatologic Products, *The AAPS Journal*, 15 (1), 41–52.
- Cho, Kim and Dan, 2009, Effects of Propylene Glycol on the Physical Properties of Poly(vinyl alcohol) Solutions and Films, *Macromolecular Research*, 17 (8), 591–596.
- Draelos Z.D. and Thaman L.A., 2006, *Cosmetic Formulation of Skin Care Products*, Draelos, Z. D. & Thaman, L. A., eds., Taylor & Francis Group, New York.
- Dwiastuti R., 2010, Pengaruh Penambahan CMC (Carboxymethyl Cellulose) sebagai Gelling Agent dan Propilen Glikol sebagai Humektan dalam Sediaan Gel Sunscreen Ekstrak Kering Polifenol Teh Hijau (*Camellia Sinensis* L), *Jurnal Penelitian*, 13 (2), 227–240.
- Ebrahimzadeh M.A., Enayatifard R., Khalili M., Ghaffarloo M., Saeedi M. and Charati J.Y., 2014, Correlation Between Sun Protection Factor and Antioxidant Activity, Phenol and Flavonoid Contents of Some Medicinal Plants, *Iranian Journal of Pharmaceutical Research*, 13 (3), 1041–1048.
- Fitriana R.A., Suprpto and Munawaroh R., 2015, *Optimasi Formula Krim Antibakteri Ekstrak Kulit Buah Manggis (Garcinia mangostana Linn) Menggunakan Asam Stearat Sebagai Emulgator dan Trietanolamin Sebagai Alkalizing Agent dengan Metode Desain Faktorial*, *Naskah Publikasi*, Fakultas Farmasi, Universitas Muhammadiyah Surakarta.
- Food and Drug Administration, 1999, Sunscreen Drug Products for Over-the-Counter Human Use; Proposed Amendment of Final Monograph, *CFR 21 parts 347 and 352*, (1978), 1–236.
- Garg A.D., Garg A.S. and Sigla A.K., 2002, Spreading of Semisolid Formulation: An Update, *Pharmaceutical Technology*
- Genatrika E., Nurkhikmah I. and Hapsari I., 2016, Formulasi Sediaan Krim Minyak Jintan Hitam (*Nigella sativa* L.) sebagai Antijerawat Terhadap Bakteri *Propionibacterium acnes*, *Pharmacy*, 13 (2), 192–201.
- Grether-Beck S., Marini A., Jaenicke T. and Krutmann J., 2014, Photoprotection of Human Skin Beyond Ultraviolet Radiation, *Photodermatology Photoimmunology and Photomedicine*, 30 (2–3), 167–174.
- Herzog S.M., Lim H.W., Williams M.S., de Maddalena I.D., Osterwalder U. and Surber C., 2017, Sun Protection Factor Communication of Sunscreen Effectiveness, *JAMA Dermatology*, 153

(3), 348–350.

- Horiba, 2017, A Guidebook to Particle Size Analysis, *Research Drive Horiba Instruments, Inc.*
- Islam M.T., Rodríguez-Hornedo N., Ciotti S. and Ackermann C., 2004, Rheological Characterization of Topical Carbomer Gels Neutralized to Different pH, *Pharmaceutical Research*, 21 (7), 1192–1199.
- Kumar S., Singh N. and Arora S.C., 2015, Emulgel: An Insight, *EJPMR*, 2 (4), 693–698.
- Kumar V., Mahant S., Rao R. and Nanda S., 2014, Emulgel Based Topical Delivery System for Loratadine, *Admet & Dmpk*, 2 (10), 254–271.
- Ng C.T., Yong L.Q., Hande M.P., Ong C.N., Yu L.E., Bay B.H. and Baeg G.H., 2017, Zinc oxide Nanoparticles Exhibit Cytotoxicity and Genotoxicity through Oxidative Stress Responses in Human Lung Fibroblasts and *Drosophila melanogaster*, *International Journal of Nanomedicine*, 12, 1621–1637.
- Patil S.S., Phutane K.R., Adnaik R.S., Mohite S.K. and Magdum C.S., 2014, Novel Cosmeceutical Herbal Emulgel for Skin Care, *World Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*, 3 (4), 801–811.
- Priani S.E., Humanisya H. and Darusman F., 2012, Development of Sunscreen Emulgel Containing Cinnamomum Burmannii Stem Bark Extract, *International Journal of Science and Research (IJSR) ISSN (Online Impact Factor*, 3 (12), 2319–7064.
- Putra M.M., Dewantara I.G.N.A. and Swastini D.A., 2013, Pengaruh Penyimpanan Terhadap Nilai pH Sediaan Cold Cream Kombinasi Ekstrak Kulit Buah Manggis (*Gracinia mangostana* L.), Herba Pegagan (*Centella asiatica*) dan Daun Gaharu (*Gyrinops Versteegii* (gilg), *Journal of Natural Science*, 18–21.
- Rowe R., Sheskey P. and Quinn M., 2009, *Handbook of Pharmaceutical Excipients*, 6th ed., Pharmaceutical Press, London.
- Saraf S. and Kaur C., 2010, In Vitro Sun Protection Factor Determination of Herbal Oils Used in Cosmetics, *Pharmacognosy Research*, 2 (1), 22.
- Sayre R.M., Agin P.P., LeVee G.J. and Marlowe E., 1979, A Comparison of In Vivo and In Vitro Testing of Sunscreening Formulas, *Photochemistry and Photobiology*, 29 (3), 559–566.
- Singh P. and Nanda A., 2014, Enhanced Sun Protection of Nano-sized Metal Oxide Particles over Conventional Metal Oxide Particles: An In Vitro Comparative Study, *International Journal of Cosmetic Science*, 36 (3), 273–283.
- Sohn M., Hêche A., Herzog B. and Imanidis G., 2014, Film Thickness Frequency Distribution of Different Vehicles Determines Sunscreen Efficacy, *Journal of Biomedical Optics*, 19 (11), 115005.
- Sohn M., Herzog B., Osterwalder U. and Imanidis G., 2016, Calculation of the Sun Protection Factor of Sunscreens with Different Vehicles Using Measured Film Thickness Distribution - Comparison with the SPF In Vitro, *Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology*, 159 (March), 74–81.
- Toedt J., Koza D. and Cleef-Toedt K. Van, 2005, *Chemical Composition of Everyday Products*, Greenwood Publishing Group, Inc., London.
- Zatz J.L. and Kushla G.P., 1996, Gels, Dalam Lieberman, H. A. et al., eds. *Pharmaceutical Dosage Forms: Disperse Systems, Volume 2*, Marcel Dekker, Inc., New York, pp. 399–417.
- Zhelsiana D.A. and Wikantyasning E.R., 2017, *Formulasi dan Uji Aktivitas Antioksidan Masker*

Gel Peel-Off Spirulina (Arthrospira platensis) Kombinasi dengan Nanopartikel ZnO, Skripsi,
Fakultas Farmasi, Universitas Muhammadiyah Surakarta.