



## Optimasi Formula Dan Stabilitas Senyawa Metabolit Ekstrak Biji Labu Kuning (*Cucurbita maxima*) Dalam Sediaan Gel Masker Peel –Off

Istianatus Sunnah<sup>(1)</sup>, Wening Sri Mulasih<sup>(1)</sup>, Agitya Resti Erwiyani<sup>(1)</sup>

<sup>(1)</sup>Program Studi S-1 Farmasi Universitas Ngudi Waluyo Ungaran

Email : [istihizna@yahoo.com](mailto:istihizna@yahoo.com)

### ABSTRAK

Submit :

9 Agustus 2018

Revisi :

20 Agustus 2018

Accepted :

28 Agustus 2018

Biji buah labu kuning mengandung senyawa flavonoid dan karotenoid yang memiliki aktivitas sebagai antioksidan dan dapat diformulasikan sebagai sediaan dalam bentuk masker gel *peel-off*. Masker gel *peel-off* adalah masker yang dapat digunakan langsung pada kulit wajah dengan cara mengoleskannya secara merata dan dapat dibersihkan dengan cara mengelupas lapisan film sehingga penggunaannya lebih praktis. Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis stabilitas kandungan senyawa metabolit biji labu kuning dalam sediaan gel masker *peel-off* dan mendapatkan formula optimal gel masker *peel-off* ekstrak biji buah labu kuning yang memiliki sifat fisik sesuai standar yang dipersyaratkan. Penelitian ini merupakan jenis penelitian eksperimental yang menggunakan proses ekstraksi dengan pelarut n-Heksan dalam menyari senyawa karotenoid dan flavonoid. Optimasi formula menggunakan perbandingan konsentrasi PVA dan HPMC dengan respon daya sebar, daya lekat, viskositas dan waktu kering dan selanjutnya dianalisa menggunakan *software Design Expert D-Optimal*. Hasil yang diperoleh bahwa kadar karotenoid dan flavonoid ekstrak biji labu kuning mengalami penurunan sebesar 38,81% dan 63,81% setelah diformulasikan dalam bentuk sediaan gel masker *peel-off* karena pada saat formulasi, menggunakan pemanasan di atas 60°C yang menyebabkan senyawa metabolit terdegradasi. Hasil optimasi didapatkan komposisi PVA dan HPMC 7,606 dan 2,394 akan menghasilkan respon daya sebar 6,517 cm, daya lekat 4,66 detik, waktu kering 39,91 menit dan viskositas 3500 cps. Kandungan senyawa karotenoid dan flavonoid mengalami ketidakstabilan bila diformulasikan dalam bentuk gel masker *peel-off*. PVA, HPMC dan propilenglikol berpengaruh terhadap stabilitas fisik sediaan gel masker *peel-off* terutama pada daya sebar, daya lekat dan viskositas tetapi memberikan waktu kering yang kurang baik.

**Kata kunci** : Biji buah labu kuning, optimasi, masker gel *peel-off*, karotenoid, flavonoid

Pumpkin seeds contain flavonoids and carotenoids which have antioxidant activity. Pumpkin seeds are formulated in the peel-off gel masks. Peel-off gel mask can be used directly on the face by applying it evenly and can be cleaned by peeling off the film layer, so that its use is more practical. This study aims to analyze concentration of the content



of pumpkin seeds metabolites in peel-off mask gel and obtain an optimal formula in peel-off mask gel of pumpkin seed extract which has physical properties according to the required standards. This study is an experimental research that using n-hexane solvent in extracting carotenoid and flavonoid compounds. The comparison of PVA and HPMC concentrations was used in optimization formula with spreadibility response, stickiness, viscosity and dry time and then analyzed using the Design D-Optimal Design software. Result of this study are carotenoids and flavonoids level in pumpkins seed extract decreased by 38,81% and 63,8% after formulated in peel-off mask gel. This problems occur because in the formulation peel-off mask gel using heating above 60<sup>0</sup>C causes the metabolites to be degraded. Optimization results obtained the composition of PVA and HMPC 7,606 and 2,394 will produce a spreadibility response of 6.517 cm, stickiness of 4.66 seconds, dry time of 39.91 minutes and viscosity of 3500 cps.

The metabolits content of carotenoids and flavonoids instability when formulated in the peel-off mask gel. PVA, HPMC and propylene glycol have an effect on the physical stability of the gel preparation of peel-off masks, especially on dispersion, stickiness and viscosity but provide poor dry time.

**Keywords:** Pumpkin seed, optimization, peel-off mask gel, carotenoid, flavonoid

## PENDAHULUAN

Wanita umumnya lebih menyukai produk kosmetika yang simpel dan mudah diaplikasikan. Salah satu jenis kosmetika yang paling mudah diaplikasikan dan membutuhkan waktu yang cepat adalah gel masker *peel-off*. Bentuk sediaan ini umumnya memiliki kandungan basis *gelling agent* seperti PVA dan HPMC. PVA memiliki sifat yang istimewa yaitu membentuk film yang paling bagus, memiliki sifat *emulsifying* dan adesif sehingga akan membentuk gel masker *peel-off* yang bagus (Jayronia, 2016). Keuntungan HPMC sebagai *gelling agent* dapat membentuk formula gel dalam waktu relatif cepat juga dapat melepaskan obat dengan sistem terkontrol (Wu *et al.*, 2014). Biji labu kuning (*Cucurbita maxima*) senyawa metabolit dalam formulasi gel *peel-off* masker.

memiliki kandungan senyawa metabolit yang dapat digunakan sebagai antioksidan antara lain flavonoid, karotenoid, tokoferol (Bajpai, Jain and Pathak, 2012). Belum banyak pemanfaatan biji labu kuning dalam sediaan kosmetika, sehingga perlu dilakukan optimasi formulasi ekstrak biji labu kuning salah satunya dalam bentuk gel masker *peel-off*, sebagai masker antioksidan yang mudah diaplikasikan.

## METODE PENELITIAN

### 1. Ekstraksi

Biji labu kuning diekstraksi menggunakan pelarut n-Heksan untuk menyari karotenoid dan flavonoid. Uji skrining fitokimia dilakukan pada saat ekstrak terbentuk dan pada saat pembuatan formula. Hal ini dilakukan untuk mengetahui stabilitas

**2. Optimasi.** Formula optimal gel masker *peel-off* menggunakan basis PVA, HPMC,



propilenglikol, metil paraben, propil paraben dan aqua dest. Optimasi formula menggunakan *software Desain Expert D-optimal*. PVA dan HPMC dioptimalkan dengan aras untuk PVA antara 6-9% dan aras untuk HPMC antara 1-4%. Pengamatan stabilitas fisik sediaan didasarkan pada homogenitas, organoleptis dan pH. Respon yang diamati pada optimasi formula gel masker *peel-off* meliputi daya sebar, daya lekat, waktu mengering dan viskositas.

3. **Daya sebar.** Pengujian daya sebar dengan cara meletakkan 1 gram sediaan gel diatas kaca dengan ukuran 20x20 cm dan ditutup dengan kaca transparan, selanjutnya diberi beban sebesar 125 gram. Pengukuran diameter pelebaran setelah 1 menit pembebanan.

4. **Daya lekat.** Pengujian daya lekat dilakukan dengan cara meletakkan 0,25 gram gel pada gelas objek, kemudian ditutup dengan gelas objek lain pada bagian atasnya, dipasangkan ke dalam alat uji daya lekat. Catat waktu yang dibutuhkan untuk melepaskan kedua gelas obyek tersebut.

5. **Viskositas.** Pengukuran viskositas menggunakan viskometer Brookfield dengan cara meletakkan sediaan gel sebanyak 50 gram kemudian diputar menggunakan kecepatan 100 rpm selama 1 menit pada spindle no 64.

6. **Waktu kering.** Uji waktu kering secara *in vivo* dilakukan dengan cara mengoleskan tipis sediaan gel pada kulit punggung tangan seluas 5

X 2,5 cm sebanyak 0,7 gram dan diamati lama waktu pengeringannya.

7. **pH.** Pengukuran pH diukur dengan cara mencelupkan pH meter pada sediaan gel yang telah diencerkan.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Hasil

**Tabel 1. Kadar Senyawa Metabolit Ekstrak dan Gel Masker *Peel-off* Biji Labu kuning**

Kandungan	Ekstrak	Gel Masker
Flavonoid [mg QE/g]	0,0104	0,00376
Karotenoid [ $\mu$ g/g]	0,0827	0,05066

Berdasarkan tabel (1) kandungan flavonoid dan karotenoid mengalami penurunan kadar setelah dilakukan formulasi gel masker *peel-off*. Penurunan kadar flavonoid setelah formulasi sebesar 63,8%, sedangkan karotenoid mengalami penurunan sebesar 38,81%.

Optimasi formula gel masker *peel-off*.

Formula gel masker *peel-off* yang dioptimalkan menggunakan *software Design Expert* berdasarkan respon daya sebar, daya lekat, viskositas dan waktu kering diperoleh 8 formula yang tergambar pada tabel 2

**Tabel 2. Formula Gel Masker *Peel-off***

Basis	F1	F2	F3	F4	F5	F6	F7	F8
PVA	7,5	6,75	6	9	8,25	9	6	7,5
HPMC	2,5	3,25	4	1	1,57	1	4	2,5
Propilenglikol	12	12	12	12	12	12	12	12
Metil Paraben	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,2
Propil Paraben	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06
Akuadest	Ad 100							

Masing-masing *run* formula tersebut dievaluasi homogenitas dan pH.

**Tabel 3. Evaluasi Formula**

Formula	Homogenitas	pH
F 1	+	5,05
F 2	+	4,94
F 3	+	4,61
F 4	+	4,91
F 5	+	4,64
F 6	+	4,88
F 7	+	4,59
F 8	+	4,67

**Keterangan :** (+) Homogen

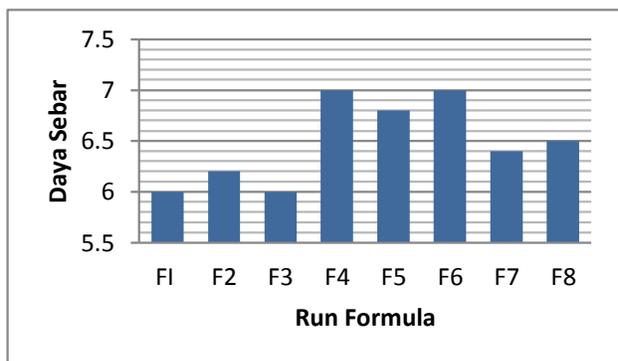
Sediaan formula gel masker *peel-off* memiliki pH yang dipersyaratkan SNI untuk sediaan topikal yaitu 4,5- 8. Hal ini dimaksudkan supaya sediaan tidak menimbulkan iritasi saat akan diaplikasikan.

**a. Daya Sebar**

Gambar 1. Menunjukkan bahwa daya sebar semua formula sesuai dengan rentang yang dipersyaratkan yaitu 5-7cm (Garg, A., D. Aggarwal, S. Garg., 2002). Pada F4 dan F6, memiliki daya sebar paling besar memiliki komposisi PVA dan HPMC 9:1. Hal ini sesuai dengan persamaan (1) yang terdapat dalam *design expert* yang menunjukkan bahwa PVA

(A) dan HPMC (B) mempengaruhi peningkatan daya sebar gel.

$$Y = 0,71912 (A) + 0,43764 (B) \dots\dots\dots (1)$$



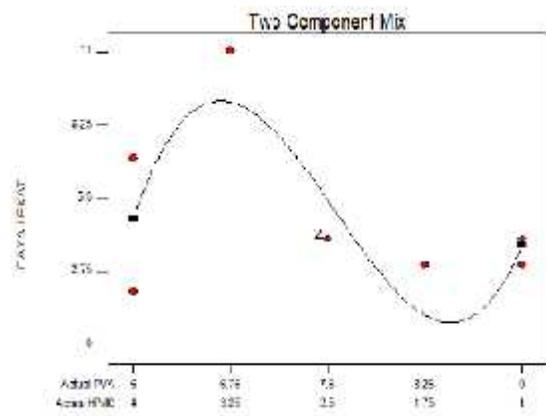
**Gambar. 1** Daya sebar tiap *run* formula

**b. Daya Lekat**

Persamaan yang diperoleh pada *D-optimal*

$$Y = 3,09401(A) - 122,15000(B) + 22,74510(A)(B) - 1,48148(A-B) \dots\dots(2).$$

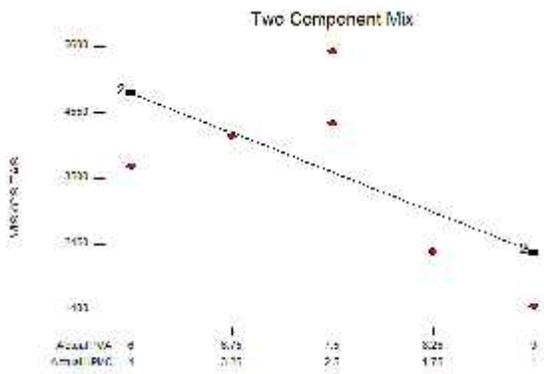
Berdasarkan persamaan (2), menunjukkan bahwa interaksi antara PVA(A) dan HPMC(B) dalam sediaan gel masker akan menurunkan daya lekat formula. Hal ini ditunjukkan pada gambar 2. bahwa F6 dan F4 memiliki daya lekat paling rendah dibandingkan dengan formula lain. Menurut persamaan (2), komponen yang memiliki pengaruh dalam menurunkan daya lekat adalah HPMC.



**Gambar 2.** Profil daya lekat formula gel masker *peel-off* berdasarkan *D-optimal*

**c. Viskositas**

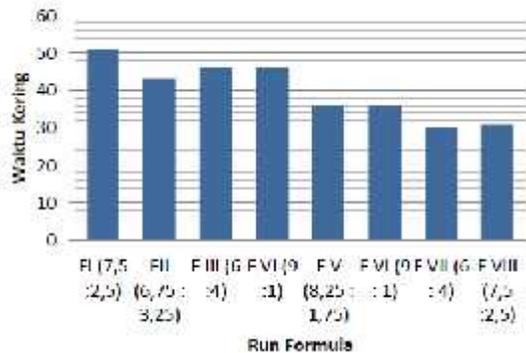
Berdasarkan pada gambar 3, viskositas F4 dan F5 yang mengandung PVA: HPMC (9:1), memiliki viskositas yang paling rendah. Hal ini memiliki korelasi dengan daya sebar dan daya lekat, bahwa semakin besar daya sebar, semakin kecil daya lekat, semakin encer konsistensi formula sehingga viskositas semakin rendah.



**Gambar 3. Profil viskositas formula berdasarkan D-optimal**

**d. Waktu kering**

Berdasarkan gb.4, waktu kering formula paling tinggi 52 menit memiliki komposisi PVA 7,5 dan HPMC 2,5 sedangkan formula yang memiliki waktu kering paling rendah 30 menit, dengan komposisi PVA : HPMC ( 6:4).



**Gambar 4. Grafik waktu kering tiap formula**

**e. Penentuan formula optimal**

Setelah masing-masing formula yang diperoleh berdasarkan *software Design Expert* diuji tiap respon, akan didapatkan formula optimal yang diambil berdasarkan nilai desirabilitas paling tinggi dan mendekati 1. Berdasarkan hasil *design expert* diperoleh formula optimal sebagai berikut :

**Tabel 4. Formula optimal**

PVA	HPMC	DS	DL	WK	V
7,606	2,394	6,517	4,66	39,91	3500

Keterangan:

DS : daya sebar dalam cm

DL : daya lekat dalam detik

WK: waktu kering dalam menit

V : Viskositas dalam cps

**Pembahasan**

Ekstrak biji labu kuning mengandung senyawa metabolit flavonoid dan karotenoid yang memiliki aktivitas antioksidan yang tinggi (Šlosár *et al.*, 2018). Untuk mendapatkan senyawa metabolit dengan konsentrasi tinggi, peran pelarut sangat besar. Biji labu kuning diekstraksi menggunakan pelarut n-Heksan supaya dapat menyari flavonoid dan karotenoid dengan sempurna. Hasil skrining fitokimia, menunjukkan bahwa kandungan karotenoid dalam biji labu kuning, dapat tersari lebih banyak dibandingkan dengan flavonoid. Hal ini disebabkan karena n-Heksan merupakan pelarut non polar yang tepat digunakan untuk menyari senyawa non polar seperti karotenoid (Wahyuni and Widjanarko, 2015), sedangkan flavonoid merupakan senyawa polar yang lebih larut dalam pelarut polar seperti etanol. Berdasarkan data pada tabel 1, kadar karotenoid dan flavonoid mengalami penurunan sebesar 38,81% dan 63,8% setelah diformulasikan menjadi sediaan gel masker *peel-off*. Penyebab dari penurunan konsentrasi ini karena karotenoid termasuk golongan β-karoten yang tidak stabil terhadap pemanasan tinggi sedangkan pembuatan sediaan gel masker *peel-off* menggunakan suhu 70°C saat peleburan basis. Umumnya saat ekstraksi menggunakan suhu di bawah 60°C. Pada suhu tersebut, karotenoid hanya mengalami perubahan stereoisomer tetapi tidak mengalami kerusakan akibat dekomposisi. Stabilitas karotenoid tergantung pada ikatan rangkap dan ikatan tidak jenuh yang terdapat di struktur molekul karotenoid yang menyebabkan mudah rusak

oleh suhu dan cahaya (Wahyuni and Widjanarko, 2015).

Optimasi formula menggunakan *software Design Expert versi 7* dengan tujuan untuk mendapatkan formula paling baik sesuai dengan respon yang akan dianalisa. Minimal ada 2 komponen yang akan dioptimalkan. *Software* akan mengolah data yang diperoleh sehingga formula optimal akan muncul sesuai dengan respon yang diinginkan. PVA dan HPMC dioptimalkan karena dua komponen ini merupakan *gelling agent* yang akan membentuk viskositas yang baik. PVA banyak digunakan sebagai *gelling agent*. Sifat adhesiv dari PVA dengan konsentrasi tertentu membuat formula gel masker *peel-off* mudah membentuk lapisan film yang mudah dikelupas (Birck *et al.*, 2014). Hasil respon *run* formula menunjukkan bahwa komponen PVA dan HPMC dapat membentuk formula gel masker *peel-off* biji labu kuning yang homogen dan memiliki pH sesuai dengan standar SNI 4,5-8. Sediaan topikal yang memiliki pH dibawah 4,5 akan menyebabkan iritasi karena terlalu asam, sedangkan pH formula terlalu basa, akan menyebabkan kulit bersisik (Rahmawanty, Yulianti and Fitriana, 2015).

Pada semua *run* formula, menunjukkan terdapat hubungan antara daya sebar, daya lekat dan viskositas. Formula yang memiliki komposisi PVA paling tinggi dan HPMC paling rendah (9:1), memiliki daya sebar paling luas dibandingkan dengan formula lain. PVA dan HPMC merupakan agen yang dapat meningkatkan viskositas tetapi interaksi antara PVA dan HPMC dengan penambahan propilenglikol akan meningkatkan daya sebar formula gel (Rowe, Sheskey and Quinn, 2009). Daya lekat dan viskositas pada formula tersebut berbanding terbalik dengan daya sebar. Semakin rendah konsentrasi HPMC, dan semakin tinggi konsentrasi PVA, daya sebar semakin besar, tetapi daya lekat dan viskositas kecil (gb.2) dan (gb.3). Pada formula gel, daya sebar berbanding dengan terbalik dengan daya lekat sesuai dengan persamaan  $S = m \times l/t$ ,  $S$  merupakan daya

sebar,  $m$  = massa sediaan yang diletakkan di objek glass,  $l$  = panjang objek glass,  $t$  merupakan waktu yang dibutuhkan untuk pergeseran obyek glass (Garg, A., D. Aggarwal, S. Garg., 2002). Sediaan gel masker *peel-off* biji labu kuning memiliki penyebaran yang lebih merata tetapi kemampuan melekat lebih kecil. Viskositas suatu sediaan sangat berpengaruh terhadap aplikasi dan penyebaran formula. Gel yang memiliki viskositas yang optimal akan mampu menahan dispersi zat aktifnya sehingga konsentrasi gel akan meningkat (Madan and Singh, 2010).

Waktu kering formula masker berhubungan dengan kenyamanan pemakaian sediaan. Umumnya masker *peel-off* membutuhkan waktu kering sekitar 15 menit setelah aplikasi. Bahan tambahan yang memiliki pengaruh besar terhadap waktu kering adalah *cereal alcohol* (EtOH) (Beringhs *et al.*, 2013). Pada sediaan masker *peel-off* biji labu kuning memiliki waktu kering lebih lama, hal ini disebabkan oleh karena formula tidak mengandung *cereal alcohol*.

Formula optimal yang dihasilkan menggunakan *D-optimal* memiliki komposisi PVA: HPMC (7,606:2,394), yang akan menghasilkan daya lekat, daya sebar dan viskositas yang memenuhi standar yang dipersyaratkan, tetapi waktu kering yang didapatkan masih belum optimal.

## SIMPULAN

Kandungan senyawa karotenoid dan flavonoid mengalami ketidakstabilan bila diformulasikan dalam bentuk gel masker *peel-off*. PVA, HPMC dan propilenglikol berpengaruh terhadap stabilitas fisik sediaan gel masker *peel-off* terutama pada daya sebar, daya lekat dan viskositas tetapi memberikan waktu kering yang kurang baik.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada LPPM Universitas Ngudi Waluyo yang telah membantu dalam pendanaan penelitian ini.



#### DAFTAR PUSTAKA

- Bajpai, R., Jain, N. and Pathak, A. K. (2012) 'Standardization of Ethanolic Extract of *Cucurbita Maxima* Seed', *JAPS*, 2(8), pp. 92–95. doi: 10.7324/JAPS.2012.2814.938. doi: 10.20959/wjpps201611-7957.
- Beringhs, A. O.  
Rosa, J.M., Stulzer, H.K., Budal, R.M., Sonaglio, D. (2013) 'Green Clay and Aloe Vera Peel-Off Facial Masks: Response Surface Methodology Applied to the Formulation Design', *AAPS PharmSciTech*, 14(1), pp. 445–455. doi: 10.1208/s12249-013-9930-8.
- Birck, C., Degoutin, S., Tabary, N., Miri, V., Bacquet, M. (2014) 'New crosslinked cast films based on poly(vinyl alcohol): Preparation and physico-chemical properties', *Express Polymer Letters*, 8(12), pp. 941–952. doi: 10.3144/expresspolymlett.2014.95.
- Garg, A., D. Aggarwal, S. Garg., A. K. S. (2002) *Spreading of Semisolid Formulation, Pharmaceutical Technology*.
- Jayronia, S. (2016) 'Design and Development of Peel-Off Mask Gel Formulation of Tretinoin For Acne Vulgaris', *World Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*, 5(11), pp. 928–938. doi: 10.20959/wjpps201611-7957.
- Madan, J. and Singh, R. (2010) Formulation and evaluation of *Aloe vera* topical gels, *International Journal of Pharmaceutical Sciences*.
- Rahmawanty, D., Yulianti, N. and Fitriana, M. (2015) 'Konsentrasi Gelatin Dan Gliserin Formulation and Evaluation Peel-Off Facial Mask Containing Quercetin With Variation Concentration of Gelatin and Gliserin', *Media Farmasi*, 12(1), pp. 17–32.
- Rowe, R. C., Sheskey, P. J. and Quinn, M. E. (2009) *Handbook of Pharmaceutical Excipients*. Sixth. London, UK: Pharmaceutical Press.
- Šlosár, M., Mezeyova, A., Hegedusova, A., Hegedus, O. (2018) 'Quantitative and qualitative parameters in Acorn squash cultivar in the conditions of the Slovak Republic', *Potravinarstvo Slovak Journal of Food Sciences*, 12(1), pp. 91–98. doi: 10.5219/851.
- Wahyuni, D. T. and Widjanarko, S. B. (2015) 'Pengaruh Jenis Pelarut dan Lama Ekstraksi Terhadap Ekstrak Karotenoid Labu Kuning Dengan Metode Gelombang Ultrasonik', *Jurnal Pangan dan Agroindustri*, 3(2), pp. 390–401.
- Wu, H., Du, S., Lu, Y., Li, Y., Wang, D. (2014) 'The application of biomedical polymer material hydroxy propyl methyl cellulose (HPMC) in pharmaceutical preparations', *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 6(5), pp. 155–160.