

FORMULASI, KARAKTERISASI DAN UJI STABILITAS MIKROEMULSI MINYAK NILAM (*Pogostemon cablin* Benth.)

**Benni Iskandar¹, Anita Lukman¹, Raesa Tartilla¹, Meircurius Dwi Condro
Surboyo², Leny^{3*}**

¹Sekolah Tinggi Ilmu Farmasi Riau, Pekanbaru, Indonesia

²Fakultas Kedokteran Gigi, Universitas Airlangga, Surabaya, Indonesia

³Fakultas Farmasi dan Kesehatan, Institut Kesehatan Helvetia, Medan, Indonesia

*Email: leny@helvetia.ac.id

Artikel diterima: 1 Agustus 2021; Disetujui: 25 September 2021

DOI: <https://doi.org/10.36387/jjis.v6i2.724>

ABSTRAK

Minyak nilam mengandung komponen penyusun utama yaitu senyawa *patchouli alcohol* yang merupakan senyawa seskuiterpen alkohol tersier trisiklik yang tidak larut dalam air. Mikroemulsi merupakan teknologi dispersi droplet yang menggabungkan cairan yang tidak larut dengan cairan lainnya. Peran surfaktan dalam formulasi mikroemulsi adalah untuk mengurangi tegangan antarmuka yang membantu proses dispersi. Mikroemulsi merupakan obat *supersolvents* sehingga obat yang bersifat hidrofilik maupun lipofilik dapat diberikan dengan sistem mikroemulsi. Tujuan penelitian ini adalah untuk memformulasikan minyak nilam menjadi suatu sediaan mikroemulsi yang stabil. Penelitian ini dilakukan dengan membuat 4 sediaan mikroemulsi minyak nilam yang masing-masing mengandung minyak nilam 5% (F1), 10% (F2), dan 15% (F3), serta mikroemulsi tanpa minyak nilam (F0). Evaluasi terhadap sediaan mikroemulsi meliputi uji organoleptis, pengukuran pH, pengukuran bobot jenis, uji viskositas, uji *freeze and thaw*, uji sentrifugasi, uji iritasi, dan pemeriksaan ukuran partikel. Hasil pengujian menunjukkan bahwa mikroemulsi yang mengandung 5% minyak nilam mempunyai karakteristik paling stabil dibandingkan dengan formula lainnya.

Kata kunci: Mikroemulsi, minyak nilam, *Pogostemon cablin*, stabilitas

ABSTRACT

Patchouli oil contains patchouli alcohol as the main component which is a tricyclic tertiary alcohol sesquiterpene compound that is insoluble in water. Microemulsion is a droplet dispersion technology that combines an insoluble liquid with another liquid. The role of surfactants in helping the dispersion process of microemulsion formulation is by reducing the interfacial tension. Microemulsion is a supersolvents carrier, so that both hydrophilic and lipophilic can be administered through a microemulsion system. The purpose of this study was to formulate patchouli oil into a stable microemulsion preparation. This research was conducted by making 4 preparations of patchouli oil microemulsion containing 5% (F1), 10% (F2), and 15% (F3) patchouli oil, and microemulsion without patchouli oil (F0).

Evaluation of microemulsion preparations includes organoleptic test, pH measurement, density determination, viscosity test, freeze and thaw test, centrifugation test, and particle size analysis. The test results showed that the microemulsion containing 5% patchouli oil had the most stable characteristics compared to other formulas.

Keywords: *Microemulsion, patchouli oil, Pogostemon cablin, stability*

PENDAHULUAN

Minyak nilam mengandung senyawa *patchouli alcohol* yang merupakan komponen penyusun utama dalam minyak nilam dengan kadar yang mencapai 50-60%. *Patchouli alcohol* merupakan senyawa seskuiterpen alkohol tersier trisiklik yang tidak larut dalam air. Minyak nilam, tersusun atas senyawa-senyawa yang bersifat asam dan netral misalnya senyawa asam 2- *naftalenkarboksilat* yang merupakan salah satu komponen minor penyusun minyak nilam (Aisyah dan Anwar, 2012). Minyak nilam juga terbukti dapat mencerahkan kulit dan mengobati jerawat (Lin R.F., 2014). Namun penggunaan minyak nilam secara langsung kurang stabil akibat pengaruh udara serta cahaya karena ada kemungkinan minyak nilam untuk menguap (Pradeep dan Murugan, 2019). Minyak nilam perlu diformulasikan dalam bentuk sediaan yang lebih stabil dan salah satu sistem penghantaran obat yang dapat

dikembangkan untuk minyak nilam adalah dalam bentuk sediaan mikroemulsi.

Mikroemulsi merupakan dispersi droplet yang berukuran nanometer dari cairan yang tidak larut dengan cairan lainnya (Jha et al, 2011). Antarmuka mikroemulsi akan stabil dengan pemberian surfaktan dan kosurfaktan dalam jumlah yang tepat. Campuran antara minyak, surfaktan dan air memungkinkan terbentuknya fleksibilitas lapisan surfaktan (Talegaonkar et al, 2008).

Sistem mikroemulsi merupakan emulsi dengan ukuran globul yang sangat kecil (0,5-10 μ m) dan mampu berpenetrasi dengan baik hingga menembus epidermis (Mandal dan Bera, 2012). Mikroemulsi stabil secara termodinamik dan mempunyai viskositas yang rendah jika dibandingkan dengan emulsi pada umumnya (Pathan et al, 2012).

METODE PENELITIAN

Jenis penelitian ini adalah penelitian eksperimental. Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi timbangan analitik (Shimadzu®), alat gelas, pengaduk elektrik, viskometer Ostwald (Pyrex®), piknometer (Iwaki®), aluminium foil, hot plate (Thermo Scientific™), buret (Pyrex®), sentrifugator (Gemmy Industrial Corp), pH meter (HANNA™), particle size analyzer (VASCO™). Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian adalah Minyak Nilam (CV. Eteris Nusantara), polisorbat 80, propilen glikol, sorbitol (Brataco), Virgin Coconut Oil (VCO) (CV. Eteris Nusantara) dan aquadest (PT. Brataco Chemical, Indonesia).

Proses pembuatan mikroemulsi M/A dilakukan dengan melarutkan minyak nilam dalam Virgin Coconut Oil (VCO) dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu 50°C selama 10 menit dengan kecepatan 1000 rpm. Campuran tersebut ditambahkan polisorbat 80 dan sorbitol. Campuran yang telah homogen ditambahkan aquadest sedikit demi sedikit dan ditambahkan

propilen glikol hingga campuran homogen. Formulasi sediaan mikroemulsi dibuat dengan variasi konsentrasi tanpa Minyak Nilam, Minyak Nilam 5%, 10% dan 15%. Formula sediaan mikroemulsi dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Formula Mikroemulsi

Bahan	Formula			
	F0	F1	F2	F3
Minyak nilam	0	5	10	15
VCO	3	3	3	3
Polisorbat 80	25	25	25	25
Sorbitol	10	10	10	10
Propilen glikol	15	15	15	15
Aquadest ad	100	100	100	100

Evaluasi Fisika dan Kimia

Sediaan mikroemulsi dilakukan evaluasi fisika kimia yang meliputi uji organoleptik, pH, bobot jenis, viskositas, *freeze and thaw*, sentrifugasi, dan ukuran partikel.

Pemeriksaan Organoleptik

Pemeriksaan organoleptis yaitu pengamatan secara visual terhadap bentuk, bau, warna, dan penampilan dari sediaan yang akan diamati setiap minggu selama 8 minggu (Leny et al, 2020).

Pengukuran pH

Pengukuran pH sediaan dapat diukur dengan menggunakan alat pH

meter, pemeriksaan dilakukan setiap minggu selama 8 minggu. Kalibrasi alat pH meter menggunakan larutan standar (dapar fosfat) pH 4 dan pH 7 (aquadest). Kemudian elektroda dicuci dengan air dan dikeringkan. Pengukuran pH sediaan dilakukan dengan mencelupkan elektroda ke dalam mikroemulsi lalu dibiarkan sampai nilai yang menunjukkan pH pada posisi konstan (Iskandar B., dkk, 2021).

Pemeriksaan Bobot Jenis (BJ)

Pemeriksaan BJ dilakukan setiap minggu selama 8 minggu dengan menggunakan piknometer. Piknometer yang digunakan bersih dan kering, timbang piknometer bobot kosong (W_0). Timbang piknometer diisi dengan aqua destilata (W_1) dan timbang piknometer yang diisi dengan sediaan mikroemulsi (W_2).

$$\text{Rumus Bobot Jenis: } BJ = \frac{W_2 - W_0}{W_1 - W_0}$$

Uji Viskositas

Pengukuran viskositas dilakukan dengan menggunakan alat viskometer *Ostwald*. Dimasukkan sediaan melalui tabung A kemudian dihisap agar masuk ke tabung B, tepat sampai batas A dan siapkan *stopwatch* sebagai pengukur waktu. Kemudian

cairan dibiarkan turun sampai garis B. Catat waktu yang dibutuhkan untuk mengalir dari garis A ke garis B. Viskometer dicuci bersih dan keringkan kembali. Kerja seperti diatas diulang dengan menggunakan cairan pembanding (aqua destilata). Hitung bobot jenis cairan dengan menggunakan piknometer (Irawati dkk, 2017). Hitung viskositas cairan dengan rumus:

$$\frac{\eta_1}{\eta_2} = \frac{\rho_1 t_1}{\rho_2 t_2}$$

Keterangan :

η_1 = Viskositas zat uji

η_2 = Viskositas cairan pembanding

ρ_1 = Berat jenis zat uji

ρ_2 = Berat jenis cairan pembanding

t_1 = Waktu zat uji

t_2 = Waktu cairan pembanding

Uji Freeze and Thaw

Metode *freeze and thaw* dilakukan dengan menyimpan sediaan pada suhu 4°C selama 48 jam, kemudian dipindahkan ke dalam inkubator pada suhu 40°C selama 48 jam, kemudian diamati terjadinya pemisahan fase pada sediaan, hal ini merupakan satu siklus pengujian. Setelah itu dilanjutkan sampai enam siklus (12 hari). Setiap satu siklus pengujian selesai, dilihat ada tidaknya pemisahan fase pada sediaan

(Oktaviasari dan Zulkarnain, 2017).

Uji Sentrifugasi

Sediaan dimasukkan dalam tabung kurang lebih 1 ml kemudian sentrifugator dengan kecepatan putaran 3000 rpm selama 30 menit. Hasil perlakuan tersebut ekuivalen dengan efek gravitasi selama satu tahun. Kondisi fisik sediaan dibandingkan setelah percobaan dengan kondisi fisik sediaan sebelum percobaan (Gozali dkk, 2009).

Pemeriksaan Ukuran Partikel

Pemeriksaan ukuran partikel diukur dengan alat *Particle Size Analyzer*. Dilakukan dengan cara sediaan mikroemulsi dikocok agar homogen, kemudian dimasukkan ke kuvet dan dilakukan pengamatan pada sudut 165° dan suhu 25°C. Data yang diamati adalah diameter droplet rata-rata (Leny et al, 2016).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pemeriksaan Organoleptik Sediaan Mikroemulsi

Pemeriksaan organoleptis sediaan mikroemulsi minyak nilam selama 8 minggu penyimpanan meliputi bentuk, warna, bau dan

kejernihannya. Diamati secara organoleptis, sediaan mikroemulsi minyak nilam F1, F2 dan F3 yang diperoleh berbentuk cairan, warna kuning muda, berbau khas minyak nilam, dan jernih. Pada F0 diperoleh berbentuk cairan, warna putih, bau khas VCO, dan agak jernih. Pemeriksaan organoleptis yang dilakukan pada keempat formula sediaan mikroemulsi meliputi bentuk, warna, bau, dan kejernihannya. Dari pengamatan yang dilakukan didapatkan bahwa sediaan mikroemulsi F1, F2, dan F3 memiliki bentuk yang cair, warna kuning muda, bau khas minyak nilam, dan sediaan yang jernih. Pada formula F0 yaitu tanpa minyak nilam didapatkan bentuk yang cair, warna putih, tidak berbau, dan agak jernih. Penampilan yang agak jernih pada VCO terjadi karena VCO merupakan trigliserida, trigliserida bersifat berpermukaan aktif sehingga tidak mampu membentuk lapisan minyak pada sistem amfifilik-air yang mengakibatkan sediaan tidak menjadi jernih (Darmoyuwono, 2006). Tidak terjadinya perubahan pada masing-masing formula sediaan mikroemulsi

setelah 8 minggu penyimpanan menandakan bahwa sediaan mikroemulsi minyak atsiri nilam stabil secara organoleptis.

Pengukuran pH sediaan mikroemulsi

Hasil pengukuran pH menunjukkan bahwa pH sediaan masing-masing formula memenuhi persyaratan, akan tetapi selama 8 minggu pengukuran terjadi penurunan pH. Terjadinya penurunan pH diduga disebabkan oleh pengaruh CO₂ pada sediaan, dimana CO₂ dari udara akan bereaksi dengan fase air dari mikroemulsi sehingga akan membentuk asam. Selain itu penurunan pH juga disebabkan karena hidrolisis tween 80 dalam sediaan yang melepaskan asam lemak sorbitan monooleat (Panagan A.T., 2011) dan dapat juga disebabkan oleh kondisi

lingkungan seperti cahaya serta kelembaban udara (Mustika, 2008).

Pengukuran bobot jenis sediaan mikroemulsi

Pengukuran bobot jenis sediaan mikroemulsi minyak atsiri nilam dilakukan dengan menggunakan piknometer, hasil pemeriksaan bobot jenis dapat dilihat pada Tabel 2. Hasil pemeriksaan bobot jenis sediaan menunjukkan terjadinya perubahan bobot jenis. Perubahan bobot jenis pada mikroemulsi dapat terjadi karena mikroemulsi terdiri dari beberapa komponen yang mempunyai bobot jenis yang berbeda dan menjadi satu campuran utuh. Kecenderungan setiap fase untuk bergabung sesamanya kembali sangat besar sehingga dapat menyebabkan perubahan bobot jenis (Jufri dkk, 2004).

Tabel 2. Hasil Pengukuran Bobot Jenis Sediaan Mikroemulsi Minyak Nilam

Minggu ke-	Bobot Jenis (g/ml)			
	F0	F1	F2	F3
1	1,0593	1,0544	1,0498	1,0480
2	1,0610	1,0577	1,0526	1,0501
3	1,0615	1,0604	1,0544	1,0520
4	1,0645	1,0651	1,0584	1,0540
5	1,0683	1,0674	1,0595	1,0562
6	1,0693	1,0687	1,0647	1,0584
7	1,0725	1,0694	1,0675	1,0616
8	1,0741	1,0696	1,0682	1,0624

Pengukuran viskositas sediaan mikroemulsi

Penentuan viskositas sediaan dilakukan dengan menggunakan alat viskometer Ostwald. Tujuan dari pemeriksaan viskositas yaitu untuk mengetahui kekentalan dari suatu sediaan. Semakin tinggi nilai viskositas maka semakin tinggi pula

kekentalan suatu sediaan tersebut (Husni dkk., 2019). Berdasarkan hasil uji viskositas sediaan didapatkan bahwa semakin tinggi konsentrasi minyak atsiri nilam yang ditambahkan maka viskositas sediaan semakin tinggi. Hasil pengujian viskositas dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil Pengukuran Viskositas Sediaan Mikroemulsi Minyak Nilam

Minggu ke-	Viskositas (cps)			
	F0	F1	F2	F3
1	10,9902	21,6391	24,8611	57,6638
2	12,0929	21,7790	25,4059	58,2686
3	13,7633	23,2565	26,5157	59,7249
4	14,9634	25,4776	27,7830	63,3256
5	16,4736	27,4976	30,5449	64,5350
6	17,7528	29,5228	33,9252	65,2516
7	19,9753	30,7755	36,9864	71,4675
8	21,9091	35,0537	39,7054	73,3780

Uji *Freeze and Thaw*

Pemeriksaan kestabilan *Freeze and Thaw* yang dilakukan selama 6 siklus pada suhu 4°C dan 40°C menunjukkan bahwa sediaan mikroemulsi minyak nilam tetap stabil. Pemeriksaan stabilitas dengan metode *freeze and thaw* bertujuan untuk melihat kestabilan mikroemulsi yang dikarenakan perubahan suhu yang ekstrim selama proses pengamatan. Hasil uji *freeze and thaw* pada pengamatan suhu 4°C selama 24 jam masing-masing formula terlihat

agak kental, selanjutnya dipindahkan ke inkubator pada suhu 40°C selama 24 jam (terhitung 1 siklus) sediaan kembali dalam bentuk seperti semula. Setelah dilakukan pengujian selama 6 siklus diperoleh hasil tetap stabil yang dilihat dari tampilan fisik sediaan yang tidak berubah, bentuk tetap cair, warna tidak berubah, tetap transparan, dan tidak terjadi pemisahan. Hal ini menunjukkan bahwa sediaan mikroemulsi tetap stabil secara termodinamika yang merupakan salah

satu sifat dari mikroemulsi (Paul dan Moulik, 2001).

Uji Sentrifugasi

Pemeriksaan sentrifugasi sediaan mikroemulsi minyak nilam F0, F1, F2, dan F3 menunjukkan hasil yang stabil, dilihat dari sediaan mikroemulsi yang tidak memisah setelah disentrifugasi selama 30 menit. Hal ini menunjukkan bahwa sediaan mikroemulsi stabil jika disimpan dalam waktu 1 tahun (Ermawati dkk, 2017).

Uji Ukuran Partikel

Penentuan ukuran partikel mikroemulsi dilakukan dengan menggunakan alat *Particle Size Analyzer* (PSA), hasil dapat dilihat pada Tabel 4. Dari data yang didapat menunjukkan bahwa ukuran partikel sediaan mikroemulsi minyak atsiri nilam sesuai dengan persyaratan mikroemulsi yaitu 0,5-10 μm (Pamudji dkk, 2012).

Tabel 4. Hasil Uji Ukuran Partikel Sediaan Mikroemulsi Minyak Nilam

Formula	Ukuran Partikel (nm)
F0 (0%)	4487,0
F1 (5%)	468,3
F2 (10%)	1485,6
F3 (15%)	1320,2

KESIMPULAN

Semua sediaan mikroemulsi tidak mengalami perubahan bentuk, warna, bau maupun pemisahan fase setelah dilakukan uji stabilitas *freeze and thaw* dan uji sentrifugasi. Ukuran partikel mikroemulsi yang terbaik dan terkecil ditunjukkan pada formula F1 (5%) yaitu sebesar 468,3 nm.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada Sekolah Tinggi Ilmu Farmasi Riau yang telah mendukung dalam pelaksanaan penelitian ini hingga selesai.

DAFTAR PUSTAKA

- Aisyah, Y. dan Anwar, S.H., 2012, Physico-Chemical Properties of Patchouli Oils (Pogostemon cablin) Separated by Fractional Distillation Method, Proceeding dari seminar *The 2nd Annual International Conference Syiah Kuala*, Banda Aceh, 22-24 November, 355-358.
- Darmoyuwono, W., 2006, *Gaya Hidup Sehat dengan Virgin Coconut Oil*, Gramedia, Jakarta: 62-64.
- Ermawati, D.E., Martodihardjo, S., Sulaiman T.N.S., 2017, Optimasi Komposisi Emulgator Formula Emulsi Air Dalam Minyak Jus Buah Stroberi (*Fragaria vesca* L.)

- dengan Metode Simplex Lattice Design, *Journal of Pharmaceutical Science and Clinical Research*, 02; 78-89.
- Gozali, D., Rusmiati, D., Utama, P., 2009, Formulasi dan Uji Stabilitas Mikroemulsi Ketokonazol Sebagai Anti jamur *Candida albicans* dan *Tricophyton mentagrophytes*, *Farmaka*, 7(2); 1-3.
- Husni, P., Hisprastin, Y., Januarti, M., 2019, Formulasi dan Uji Stabilitas Fisik Sediaan Emulsi Minyak Ikan Lemuru (*Sardinella lemuru*), *As-Syifaa Jurnal Farmasi*, 11(02); 137-146.
- Iskandar, B., Karsono, Silalahi, J., 2016, Preparation of Spray Nanoemulsion and Cream Containing Vitamin E as Anti-aging Product Tested in Vitro and in Vivo Method. *International Journal PharmaTech Research*, 9(6); 307-308.
- Iskandar, B., Sidabutar S.E., Leny, 2021, Formulasi dan Evaluasi Lotion Ekstrak Alpukat (*Persea americana*) sebagai Pelembab Kulit, *Jurnal Islamic Pharmacy*, 6(2); 36-45.
- Irawati, S.P., Rahmawanty, D., dan Fitriana, M., 2017, Karakterisasi Mikroemulsi Minyak Nilam (*Pogostemon cablin* Benth Dengan Pembawa Virgin Coconut Oil (VCO), Polisorbat 80 dan Sorbitol, *Jurnal Pharma Science*, 4(1); 109-115.
- Jha, S.K., Dey, S., Karki, R., 2011, Microemulsions- Potential Carrier for Improved Drug Delivery, *Asian Journal of Biomedical and Pharmaceutical Sciences*, 1(1); 5-11.
- Jufri, M., Binu A., Rahmawati, J., 2004, Formulasi Gameksan dalam bentuk Mikroemulsi, *Majalah Ilmu Kefarmasian*, 1(3); 160-174.
- Leny, Ginting E.E., Hafiz, I., 2020, Formulation and Evaluation of Candlenut (*Aleurites moluccana* L.) Oil in Gel Preparation, *Asian Journal of Pharmaceutical Research and Development*, 8(5); 41-43.
- Leny, Karsono, Harahap U., 2016, Comparison of Vitamin C (Magnesium Ascorbyl Phosphate) Formulation in Nanoemulsion Spray and Cream as Anti-aging, *International Journal of PharmTech Research*, 9(9); 399-407.
- Lin, R.F., 2014, Prevention of UV radiation-induced cutaneous photoaging in mice by topical administration of patchouli oil. *Journal of Ethno pharmacology*, 154(2); 408-418.
- Mandal, A., Bera, A., 2012, Surfactant Stabilized Nanoemulsion: Characterization and Application in Enhanced Oil Recovery, *International Scholarly and Scientific Research & Innovation*, 6(7); 537-542.
- Mustika, 2008, Pengaruh Metode Distilasi dan Komposisi Bahan Baku Terhadap Jumlah Rendemen serta Mutu Minyak Nilam, *Tesis*, Institut Teknologi Surabaya.

- Oktaviasari, L., dan Zulkarnain, A.K., 2017, Formulasi dan Uji Stabilitas Fisik Sediaan Lotion O/W Pati Kentang (*Solanum tuberosum* L.) serta Aktivitasnya sebagai Tabir Surya, *Majalah Farmaseutik*, 13(1); 9-27.
- Pamudji, J.S., Darijanto, S.T., dan Rosa, S., 2012, Formulasi dan Evaluasi Mikroemulsi Minyak dalam Air Betametason 17-Valerat, *Acta Pharmaceutica Indonesia*, 37(4); 146–152.
- Panagan, A.T., 2011, Pengaruh Penambahan Tepung Wortel (*Daucus carota* L.) Terhadap Bilangan Peroksida dan Asam Lemak Bebas pada Minyak Goreng Curah, *Penelitian Sains*, 14(2); 18–21.
- Pathan, M., Zikriya, A., Quazi A., 2012, Microemulsion: As Excellent Drug Delivery System, *International Journal for Pharmaceutical Research Scholars*, 1(3); 199-210.
- Paul, B.K., dan Moulik, S.P., 2001, Uses and application of microemulsions, *Current Science*. 80(8); 990-1001.
- Pradeep, D.P., Murugan, K., 2019, Comparative Study on Antioxidant Activity of Essential Oils from *Pogostemon benghalensis* (Burm.F.) Kuntze and *P. cablin* (Blanco) Benth, *World Journal of Pharmaceutical Research*, 8(2); 1301–1313.
- Talegaonkar, S., Azeem A., Ahmad, F.J., Khar, R.K., Pathan, S.A., Khan, Z.I., 2008, Micro emulsions: A Novel Approach to Enhanced Drug Delivery, *Recent Patents on Drug Delivery & Formulation*, 2; 238-257.