

## Formulasi dan Evaluasi Gel Antioksidan Fraksi Ekstrak Kulit Jeruk Nipis (*Citrus aurantiifolia* (Christm.) Swingle)

### Formulation and Evaluation of Antioxidant Gel Formulated from Fractions of Lime (*Citrus aurantiifolia* (Christm.) Swingle) Peel Extract

Nurul Auliasari\*, Framesti Frisma Siarumtias

<sup>1</sup>Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Garut  
Jl. Jati No. 42B Tarogong, Garut 44151, Indonesia

\*Corresponding author email: nurul@uniga.ac.id

Received 07-09-2020

Accepted 08-12-2020

Available online 31-12-2020

#### ABSTRAK

Penggunaan antioksidan sintetis dalam kosmetik pada saat ini mulai dibatasi. Antioksidan yang bersumber dari bahan alam dapat dijadikan alternatif, salah satunya berasal dari tanaman jeruk nipis (*Citrus aurantiifolia* (Christm.) Swingle) yang diketahui mengandung senyawa antioksidan. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui fraksi aktif dari ekstrak etanol kulit jeruk nipis yang memiliki aktivitas antioksidan kemudian diformulasikan ke dalam sediaan gel. Fraksi aktif ekstrak etanol kulit jeruk nipis diformulasikan ke dalam sediaan gel dengan variasi konsentrasi F1 (0,4%), F2 (0,9%), dan F3 (1,4%). Evaluasi sediaan gel meliputi organoleptik, uji homogenitas, uji pH, uji daya sebar dan uji viskositas. Fraksi etil asetat digunakan sebagai fraksi aktif dengan nilai  $IC_{50}$  47,33 ppm dan dapat diformulasikan menjadi sediaan gel yang stabil.

**Kata kunci:** antioksidan, fraksi aktif ekstrak etanol, jeruk nipis, nilai  $IC_{50}$ .

#### ABSTRACT

*The use of synthetic antioxidants in cosmetics is currently being restricted. Antioxidants sourced from natural ingredients can be used as the alternative. Lime (*Citrus aurantiifolia* (Christm.) Swingle) might be used for the said purpose for the extract of its peel containing antioxidant compounds. This study aims to determine the active fraction of lime peel ethanol extract with antioxidant activity and formulate it into gel preparation for a better antioxidant activity. The active fraction of lime peel ethanol extract was formulated into gel preparations with varying concentrations, i.e., F1 (0.4%), F2 (0.9%), and F3 (1.4%). Evaluation of gel preparations included organoleptic, homogeneity, pH, diffusion, and viscosity tests. The ethyl acetate fraction was found to be the active fraction with an  $IC_{50}$  value of 47.33 ppm and it could be formulated into a stable gel preparation.*

**Keywords:** *active fraction of ethanol extract, antioxidants, IC<sub>50</sub> value, lime.*

## Pendahuluan

Jeruk nipis (*Citrus aurantiifolia* (Christm.) Swingle) adalah salah satu tanaman yang berpotensi sebagai antioksidan alami. Selain itu, jeruk nipis juga mengandung vitamin C sebanyak 27 mg/100 gr jeruk, Ca sebanyak 40 mg/100 gr jeruk, dan P sebanyak 22 mg/100 gr jeruk (Hariana, 2006). Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan sebelumnya terhadap ekstrak etanol kulit jeruk nipis, diketahui bahwa ekstrak etanol kulit jeruk nipis tersebut mengandung senyawa golongan flavonoid yang memiliki aktivitas antioksidan (Auliasari *et al.*, 2019). Adapun salah satu penggunaan antioksidan di masyarakat adalah sebagai kosmetik.

Senyawa flavonoid yang ada pada daun kelor merupakan senyawa yang tidak stabil dan mudah mengalami degradasi. Degradasi terjadi diakibatkan oleh adanya suhu, kandungan oksigen dan cahaya (Vatai, 2009). Degradasi flavonoid terjadi karena adanya pemutusan rantai molekul dan terjadinya reaksi oksidasi yang menyebabkan oksidasi gugus hidroksil dan akan membentuk senyawa lain yang mudah menguap dengan cepat.

Berdasarkan latar belakang diatas, maka pada penelitian ini akan dilakukan formulasi sediaan gel yang mengandung fraksi aktif dari ekstrak etanol kulit jeruk nipis (*Citrus*

*aurantiifolia* (Christm.) Swingle sebagai antioksidan yang merupakan penelitian lanjutan dari penelitian sebelumnya. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui fraksi aktif ekstrak etanol kulit jeruk nipis yang memiliki aktivitas antioksidan dan mengetahui apakah fraksi aktif ekstrak etanol kulit jeruk nipis tersebut dapat diformulasikan ke dalam sediaan gel yang stabil. Manfaat dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi guna pengembangan formulasi sediaan topikal yang mengandung fraksi aktif ekstrak etanol kulit jeruk nipis yang memiliki aktivitas antioksidan.

## Metode Penelitian

### Alat

Alat-alat yang digunakan antara lain timbangan analitik (AG204), spatula, *Rotary Evaporator*, *Viscometer Brookfield*, gelas ukur (Pyrex) 10 mL dan 100 mL, gelas kimia (Pyrex) 250 mL, oven (IKA), loyang oven, desikator, pH meter, spektrofotometer UV (Genesys), ultraturax (IKA), pipet tetes, kaca preparat, labu alas bulat (Pyrex), mikropipet.

### Bahan

Bahan-bahan yang digunakan antara lain kulit jeruk, carbopol 940, propilenglikol, DMDM hydantoin, BHT, tween, TEA, dan *aquadest*.

### Jalannya penelitian

1. Preparasi sampel dan pembuatan ekstrak

Bahan yang digunakan dalam penelitian yaitu kulit jeruk nipis diperoleh dari Lembang Bandung. Determinasi tanaman dilakukan di Herbarium Bandungense Sekolah Ilmu dan Teknologi Hayati Institut Teknologi Bandung (ITB).

Bahan yang sudah dikumpulkan disortasi, kemudian dicuci bersih dengan air mengalir, dirajang atau dipotong kecil-kecil dan ditimbang. Setelah itu dikeringkan di lemari pengering pada suhu  $\pm 40^{\circ}\text{C}$ . Simplisia yang sudah kering kemudian dihaluskan dengan cara diblender dan ditimbang kembali.

Proses ekstraksi dilakukan dengan metode maserasi menggunakan pelarut etanol 96%. Hasil maserasi disaring menggunakan kertas saring atau kasa sehingga diperoleh ekstrak etanol kulit jeruk nipis yang kemudian dipekatkan dengan menggunakan alat *rotary evaporator* hingga diperoleh ekstrak kental.

2. Fraksinasi

Proses pemisahan dilakukan dengan metode ekstraksi cair-cair menggunakan pelarut di antaranya air, etil asetat dan n-heksan. Ekstrak etanol kulit jeruk nipis yang sudah dipekatkan kemudian dilarutkan dalam air panas sebanyak 100 mL lalu disaring dan didinginkan. Filtrat yang didapat kemudian ditambahkan n-heksan dengan perbandingan (1:1) dan dikocok dalam corong pisah

sesekali tutup, corong pisah kemudian dibuka lalu dipisahkan. Fraksi n-heksan ditampung dalam wadah. Fraksi air ditambahkan etil asetat dengan perbandingan (1:2). Setelah fraksi etil asetat dipisahkan yang tersisa yaitu fraksi air. Hasil yang didapat yaitu fraksi n-heksan dan fraksi etil asetat diuapkan sedangkan untuk fraksi air dikeringkan menggunakan alat *freeze drying* hingga diperoleh fraksi masing-masing pelarut.

3. Uji aktivitas antioksidan dengan metode DPPH

Ekstrak etanol kulit jeruk nipis ditimbang sebanyak 100 mg dilarutkan dengan etanol pro analisis ke dalam labu ukur hingga mencapai volume 100 mL. Lalu dibuat beberapa konsentrasi mulai dari 20, 40, 60, 80, dan 100 ppm. Selanjutnya masing-masing fraksi air, fraksi n-heksan dan fraksi etil asetat ditimbang sebanyak 100 mg dilarutkan dengan etanol pro analisis lalu dimasukkan ke dalam labu ukur hingga mencapai volume 100 mL dan dibuat beberapa konsentrasi mulai dari 20, 40, 60, 80, dan 100 ppm dan digunakan sebagai larutan uji.

Sebanyak 2,5 mg DPPH dilarutkan dengan etanol pro analisis ke dalam labu ukur 100 mL sampai tanda batas. Diperoleh larutan DPPH dengan konsentrasi 25 ppm yang digunakan sebagai larutan pereaksi.

Sebanyak 10 mg Vitamin C dilarutkan dalam air pada labu ukur hingga volume 100 mL. Kemudian

dibuat beberapa konsentrasi mulai dari 2, 4, 6, 8, dan 10 ppm, yang digunakan sebagai larutan pembanding.

Penetapan  $IC_{50}$  dengan metode DPPH dilakukan dengan mengambil masing-masing larutan uji dan larutan pembanding diantaranya ekstrak etanol kulit jeruk nipis, fraksi air, fraksi n-heksan, fraksi etil asetat dan vitamin C sebanyak 1,5 mL kemudian ditambahkan 3 mL larutan pereaksi DPPH, campuran dikocok hingga homogen dan disimpan selama 30 menit di tempat gelap. Kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan blanko etanol pro analisis. Setelah absorbansinya didapat, selanjutnya persentase peredaman dihitung dengan rumus pada persamaan 1.

$$\% = \frac{\text{Absorban Kontrol} - \text{Absorban Sampel}}{\text{Absorban Kontrol}} \times 100\% \quad (1)$$

### Hasil dan Pembahasan

Pada penelitian ini bahan yang digunakan adalah kulit jeruk nipis yang telah dideterminasi di Herbarium Bandungense, Sekolah Ilmu dan Teknologi Hayati, Institut Teknologi Bandung untuk mengetahui klasifikasi serta spesies dari bahan uji. Hasil determinasi menyatakan bahwa tumbuhan yang digunakan merupakan spesies *Citrus aurantiifolia* (Christm.) Swingle (Gambar 1).

Pemeriksaan karakteristik simplisia dilakukan untuk mengetahui

mutu dan standarisasi bahan untuk menjamin kualitas dari simplisia atau sampel yang digunakan dalam penelitian. Karakteristik simplisia yang diperiksa meliputi: susut pengeringan, kadar abu total, kadar abu larut air, kadar abu tidak larut asam, kadar air, kadar sari larut air, dan kadar sari larut etanol (Depkes RI, 1980 dan Kemenkes RI, 2011). Hasil karakterisasi dapat dilihat pada Tabel 1.

Penapisan fitokimia dilakukan untuk mengetahui kandungan senyawa metabolit sekunder yang terkandung di dalam simplisia kulit jeruk nipis. Penapisan fitokimia simplisia meliputi senyawa alkaloid, flavonoid, saponin, tanin, steroid/triterpenoid, dan kuinon (Depkes RI, 2000). Hasil karakterisasi dapat dilihat pada Tabel 2.



Gambar 1. Tanaman jeruk nipis

Tabel 1. Karakteristik simplisia kulit jeruk nipis

Parameter	Kadar (%)
Kadar air	2,00
Susut pengeringan	3,16
Kadar abu total	4,34
Kadar abu larut air	4,27
Kadar abu tidak larut asam	0,30
Kadar sari larut air	67,30
Kadar sari larut etanol	89,00

**Tabel 2.** Hasil penapisan fitokimia simplisia kulit jeruk nipis

Metabolit sekunder	Hasil
Alkaloid	+
Flavonoid	+
Saponin	+
Tanin	+
Kuinon	-
Steroid	-

Keterangan: (+) = terdeteksi, (-) = tidak terdeteksi

Selanjutnya setelah didapat ekstrak kental dilakukan proses fraksinasi menggunakan pelarut air, etil asetat dan n-heksan. Masing-masing fraksi yang di dapat yaitu fraksi n-heksan 3,42 gram, fraksi etil asetat 16,02 gram dan fraksi air 55 gram.

Setelah masing-masing fraksi diperoleh, selanjutnya dilakukan pengujian aktivitas antioksidan dengan metode DPPH terhadap ekstrak etanol, fraksi n-heksan, fraksi etil asetat, fraksi air dan vitamin C dengan metode DPPH. Metode DPPH dipilih karena sederhana, mudah, cepat dan peka serta hanya memerlukan sedikit sampel (Handayani et al., 2014). Dari hasil nilai  $IC_{50}$  tersebut fraksi etil asetat memiliki aktivitas antioksidan yang termasuk intensitas sangat kuat dimana berdasarkan

parameter aktivitas antioksidan nilai  $IC_{50}$  yang kurang dari 50 termasuk sangat kuat, 50-100 termasuk kuat, 101-250 termasuk sedang, 250-500 termasuk lemah, dan lebih dari 500 termasuk sangat lemah (Molyneux. 2004). Maka berdasarkan hasil tersebut fraksi aktif yang akan digunakan dalam formulasi sediaan gel adalah fraksi etil asetat.

Selanjutnya, fraksi aktif yang diperoleh diformulasikan ke dalam sediaan gel dengan formula yang dapat dilihat pada Tabel 3. Formula gel tersebut kemudian dievaluasi stabilitas fisiknya dan diakhiri dengan pengujian aktivitas antioksidan dengan metode DPPH seperti pada ekstrak dan fraksi sebelumnya. Hasil uji antioksidan dapat dilihat pada Tabel 4.

Uji stabilitas fisik dilakukan untuk menjamin sediaan memiliki sifat yang sama setelah sediaan dibuat dan masih memenuhi parameter kriteria selama penyimpanan. Ketidakstabilan fisika dari sediaan gel ditandai dengan adanya perubahan warna atau munculnya warna, timbul bau, pemisahan fase, sineresis, perubahan konsistensi, terbentuknya gas dan perubahan fisik lainnya (Sayuti, 2015).

**Tabel 3.** Formulasi gel fraksi aktif ekstrak etanol kulit jeruk nipis

Bahan	F1 (%)	F2 (%)	F3 (%)
Fraksi aktif ekstrak kulit jeruk nipis	0,4	0,9	1,4
Carbopol 940	1	1	1
Propilenglikol	10	10	10
DMDM Hydantoin	0,5	0,5	0,5
BHT	0,02	0,02	0,02

**Tabel 4.** Hasil pengujian aktivitas antioksidan

Sampel	IC <sub>50</sub> (ppm)
Ekstrak etanol	61,93
Fraksi n-heksan	51,95
Fraksi etil asetat	47,33
Fraksi air	57,11
Vitamin C (pembanding)	8,52
Sediaan gel Formula 1	213,82
Sediaan gel Formula 2	165,36
Sediaan gel Formula 3	85,41

Sediaan gel dikatakan homogen bila terdapat warna yang merata serta tidak ditemukan partikel-partikel yang berbeda (Titaley *et al.*, 2014). Viskositas, pH dan daya sebar gel berkaitan dengan kenyamanan pemakaian dimana sediaan gel diharapkan memiliki konsistensi, derajat keasaman dan daya sebar yang sesuai dengan kriteria parameter yang ditetapkan. Konsistensi gel yang lunak menyebabkan gel lebih mudah diaplikasikan secara merata, mudah

terserap di kulit dan memberikan kesan lembut di kulit dibandingkan dengan gel yang kaku. Konsistensi gel berhubungan dengan viskositas dan daya sebar. pH gel yang baik adalah pH yang hampir sama atau mendekati pH kulit yang berkisar antara 4,5– 6,5 (Mappa *et al.*, 2013). Apabila sediaan gel bersifat terlalu asam dari pH kulit dikhawatirkan akan mengiritasi kulit namun apabila gel terlalu basa maka kulit dikhawatirkan akan lebih mudah menjadi kering (Tranggono IR dan Latifah, 2007). Adapun hasil pengujian daya sebar sediaan gel termasuk dalam standar SNI dimana daya sebar gel yang baik adalah antara 5-7 cm (Tabel 5). Semakin besar daya sebar yang diberikan, maka kemampuan zat aktif untuk menyebar dan kontak dengan kulit semakin luas (Niazi, 2004).

**Tabel 5.** Hasil uji stabilitas fisik sediaan gel

Formula	Pengujian	Pengamatan homogenitas pada hari ke-				
		0	7	14	21	28
F1	Organoleptik					
	Warna	Kuning terang	Kuning terang	Kuning terang	Kuning terang	Kuning terang
	Bau	Bau khas	Bau khas	Bau khas	Bau khas	Bau khas
	Tekstur	Kental	Kental	Kental	Kental	Kental
	Homogenitas	Homogen	Homogen	Homogen	Homogen	Homogen
	pH	5,9	5,2	5,1	5,1	5
	Daya sebar	7,78	7,85	7,8	7,71	7,86
F2	Organoleptik					
	Warna	Kuning	Kuning	Kuning	Kuning	Kuning
	Bau	Bau khas	Bau khas	Bau khas	Bau khas	Bau khas
	Tekstur	Kental	Kental	Kental	Kental	Kental
	Homogenitas	Homogen	Homogen	Homogen	Homogen	Homogen
	pH	5,3	5,2	5,1	5,0	5,0
	Daya sebar	7	7,32	7,33	7,38	7,2
F3	Organoleptik					
	Warna	Kuning	Kuning	Kuning	Kuning	Kuning
	Bau	Bau khas	Bau khas	Bau khas	Bau khas	Bau khas
	Tekstur	Kental	Kental	Kental	Kental	Kental
	Homogenitas	Homogen	Homogen	Homogen	Homogen	Homogen
	pH	5,3	5,2	5,1	5,0	5,0
	Daya sebar	7	7,32	7,33	7,38	7,2

Formula	Pengujian	Pengamatan homogenitas pada hari ke-				
		0	7	14	21	28
		pekat	pekat	pekat	pekat	pekat
Bau	Bau khas	Bau khas	Bau khas	Bau khas	Bau khas	Bau khas
Tekstur	Kental	Kental	Kental	Kental	Kental	Kental
Homogenitas	Homogen	Homogen	Homogen	Homogen	Homogen	Homogen
pH	5,1	5,1	5,1	5,0	5,0	
Daya sebar	6,68	7,61	7,32	7,66	7,45	
Viskositas	9548	9548	9508	9390	9010	

### Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan, dapat disimpulkan bahwa fraksi aktif ekstrak etanol kulit jeruk nipis yang digunakan dalam formulasi sediaan gel antioksidan ini adalah fraksi etil asetat yang memiliki aktivitas antioksidan sangat kuat dengan nilai IC<sub>50</sub> 47,33 ppm.

### Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan banyak terimakasih kepada Direktorat Riset dan Pengabdian Masyarakat Direktorat Jenderal Penguatan Riset dan Pengembangan, Kementerian Pendidikan dan Kebudayaan melalui Hibah Penelitian Dosen Pemula Tahun 2020, serta kepada Unit Penelitian dan Pengabdian pada Masyarakat (UPPM), Fakultas MIPA, Universitas Garut yang telah membantu dalam proses penelitian ini.

### Daftar Pustaka

Ansel, H.C. 2008. Pengantar Bentuk Sediaan Farmasi. Edisi Keempat. Jakarta: UI Press.

Auliasari, N., Najihudin, A. and Restuny, E., 2019. Pemanfaatan Limbah Kulit Jeruk Nipis (*Citrus*

*aurantifolia*) Dalam Formula Sediaan Gel Sebagai Anti-Wrinkle. Jurnal Ilmiah Farmako Bahari, 10(2), pp.171-182.

Depkes RI. 1980. Materia Medika Indonesia. Jilid IV. Direktorat Jenderal Pengawasan Obat dan Makanan. Jakarta: Depkes RI.

Depkes RI. 2000. Parameter Standar Umum Ekstrak Tumbuhan Obat. Direktorat Jenderal Pengawasan Obat dan Makanan. Jakarta: Depkes RI. Hlm. 34.

Handayani, V., Ahmad, A. R., & Sudir, M. 2014. Uji Aktivitas Antioksidan Ekstrak Metanol Bunga Dan Daun Patikala (*Etilingera Elatior* (Jack) R.M.Sm) menggunakan Metode DPPH. Pharmaceutical Sciences and Research, 1(2), 86–93.

Hariana, A. 2006. Tumbuhan obat dan khasiatnya. Penebar Swadaya: Jakarta. Hlm. 73-74.

Kementerian Kesehatan RI. 2011. Farmakope Herbal Indonesia. Edisi I. Jakarta: Kementerian Kesehatan RI

Lestari, R., Amalia, El. and Yuwono, Y., 2018. Efektivitas jeruk nipis (*Citrus aurantifolia* Swingle)

- sebagai zat antiseptik pada cuci tangan. Jurnal Kedokteran dan Kesehatan: Publikasi Ilmiah Fakultas Kedokteran Universitas Sriwijaya. 5(2):55-65.
- Mappa, T., Edy, H.J. and Kojong, N., 2013. Formulasi gel ekstrak daun sasaladahan (*Peperomia pellucida* (L.) H.B.K) dan uji efektivitasnya terhadap luka bakar pada kelinci (*Oryctolagus cuniculus*).Jurnal Ilmiah Farmasi. 2(2): 49-55.
- Niazi, S.K. 2004. Handbook of pharmaceutical manufacturing formulations: semisolid products. Florida. CRC Press LLC.
- Sayuti, N. A. 2015. Formulasi Dan Uji Stabilitas Fisik Sediaan Gel Ekstrak Daun Ketepeng Cina (*Cassia alata* L.). Indonesian Pharmaceutical Journal, 5(2), pp. 74-82.
- Molyneux, P. 2004. The use of the stable free radical diphenylpicrylhydrazyl (DPPH) for estimating antioxidant activity. Journal of Science Technology, 26(2), 211-219.
- Panjaitan, E.N., Saragih, A. and Purba, D. 2012. Formulasi gel dari ekstrak rimpang jahe merah (*Zingiber officinale* Roscoe). Journal of Pharmaceutics and Pharmacology. 1(1): 9-20.
- Titaley, S., Fatimawali. and Lolo, W.A. 2014. Formulasi dan uji efektivitas sediaan gel ekstra etanol daun mangrove api-api (*Avicennia marina*) sebagai antiseptik tangan. Pharmacon. 3(2): 99-106.
- Tranggono, I.R. dan Latifah. 2007. Buku pegangan ilmu pengetahuan kosmetika. Jakarta: PT. Gramedia Pustaka Utama