

Pengaruh Waktu Pengadukan Terhadap Ukuran Partikel Emulsi Minyak Ikan (*Oleum Iecoris Aselli*)

Effect of Stirring Time on Fish Oil Emulsion Particle Size (Oleum Iecoris Aselli)

Dessinta Alfiana*¹, Rahmadevi², Desi Sagita³

¹Dessinta Alfiana, Jalan Tarmizi Kadir Pakuan Baru, Jambi and 36126, Indonesia

²Rahmadevi, Jalan Tarmizi Kadir Pakuan Baru, Jambi and 36126, Indonesia

³Desi Sagita, Jalan Tarmizi Kadir Pakuan Baru, Jambi and 36126, Indonesia

*Koresponding Penulis : ¹dessintaalfiana5@gmail.com ²rahmadevi@gmail.com ³desisagita@gmail.com

Abstrak

Sediaan farmasi menggunakan minyak ikan yang cocok adalah emulsi. Emulsi merupakan sediaan cair, terdiri dari dua fase yang tidak bercampur, tidak stabil secara termodinamika, sehingga dikembangkan menjadi mikro emulsi. Penelitian ini bertujuan menghasilkan ukuran partikel yang kecil, menggunakan metoda variasi waktu pengadukan selama 20 menit, 40 menit dan 60 menit. Dilakukan evaluasi organoleptis, tipe emulsi, persen transmittan, viskositas dan pH. Emulsi dengan kombinasi surfaktan tween 80 dan span 60 (10 : 1) memiliki bentuk cair transparan, beraroma khas tween 80, ukuran partikel yaitu 0,376 μm dengan waktu pengadukan 60 menit, dengan transmittan 98%, viskositas 1,59 cPs dan memiliki pH 4,8.

Kata kunci : Emulsi Minyak Ikan (*oleum iecoris aselli*), Homogenizer, Ukuran Partikel, Waktu Pengadukan

Abstract

Pharmaceutical preparations using suitable fish oil are emulsions. Emulsion is a liquid preparation, consisting of two phases that are not mixed, thermodynamically unstable, so that it is developed into a micro emulsion. This research resulted in a small particle size, using a method of stirring time variations for 20 minutes, 40 minutes and 60 minutes. Regarding organoleptic evaluation, type of emulsion, percent transmittance, viscosity and pH. Emulsion with a combination of surfactant tween 80 and span 60 (10: 1) has a transparent liquid form, typical flavored tween 80, particle size 0.376 μm with a stirring time of 60 minutes, with 98% transmittance, viscosity of 1.59 cPs and has a pH of 4, 8.

Keywords : Fish Oil Emulsion (*oleum iecoris aselli*), Homogenizer, Particle size, Stirring time

PENDAHULUAN

Emulsi merupakan suatu sediaan cair yang terdiri dari dua fase yang tidak saling bercampur yaitu minyak dan air, tidak stabil secara termodinamika karena dapat kembali terpisah menjadi minyak dan air (Lachman, *et al.*, 2008). Dalam proses pembuatan emulsi biasanya menggunakan kombinasi surfaktan dan kosurfaktan yang berguna untuk menurunkan tegangan permukaan serta mencegah rusaknya emulsi (Talegaonkar *et al.*, 2008). Fase minyak yang digunakan juga dapat mempengaruhi stabilitas sediaan emulsi, sehingga digunakanlah minyak ikan (*oleum iecoris aselli*) karna harganya yang murah, ketersediaannya yang melimpah, serta memiliki nutrisi (McClements & Rao, 2011). Dalam proses pencampuran, lama pencampuran, suhu dan kecepatan pengadukan juga sangat mempengaruhi viskositas sediaan, dispersi yang terjadi, dan ukuran droplet (Talegaonkar *et al.*, 2008). Pembuatan emulsi minyak ikan (*oleum iecoris aselli*) menggunakan metode variasi waktu pengadukan selama 20 menit, 40 menit dan 60 menit dengan homogenizer diharapkan dapat memperkecil ukuran partikel dari emulsi minyak ikan (*oleum iecoris aselli*) sehingga dapat meningkatkan transmittan dan menurunkan viskositas serta membuat sediaan stabil secara termodinamika.

METODE PENELITIAN

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimental, formula emulsi minyak ikan (*oleum iecoris aselli*) dengan bahan-bahan tambahan yang didapatkan berdasarkan sumber yaitu *Handbook of Pharmaceutical Excipients* dan Farmakope Indonesia Edisi V serta konsentrasi surfaktan dan kosurfaktan didapatkan dari aplikasi *Desain Exprt 10*, dimana diperoleh delapan formula dengan konsentrasi yang berbeda.

Sediaan emulsi minyak ikan dibuat menggunakan metoda variasi waktu pengadukan selama 20 menit, 40 menit dan 60 menit berdasarkan kombinasi surfaktan yang telah diuji kestabilan campurannya selama 24 jam pada suhu ruang ($\pm 27^{\circ}\text{C}$). Selanjutnya dilakukan evaluasi organoleptis, tipe emulsi, persen transmittan, viskositas dan pH. Penelitian ini bertujuan untuk menghasilkan ukuran partikel yang lebih kecil dari emulsi minyak ikan (*oleum iecoris aselli*).

A. Pemeriksaan Bahan Baku Formulasi Emulsi

Pemeriksaan bahan baku yaitu pemeriksaan yang dilakukan secara organoleptis dan uji kelarutan. Hasil pemeriksaan bahan tambahan seperti tween 80, span 60, sorbitol, nipagin, nipasol dan BHT yang kemudian dibandingkan dengan literatur pada

buku standar yaitu *Handbook of Pharmaceutical Excipients* dan Farmakope Indonesia Edisi V.

B. Optimasi Surfaktan & Kosurfaktan

Percobaan ini dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui perbandingan variasi surfaktan dan ko-surfaktan yang terbaik dalam menghasilkan emulsi. Pada proses ini menggunakan homogenizer dengan kecepatan pengadukan 500 rpm dan variasi waktu pengadukan 20 menit, 40 menit, dan 60 menit.

Tabel 1. Optimasi Surfaktan dan Kosurfaktan

Nama Bahan	Kegunaan	Konsentrasi Bahan (%)							
		F1	F2	F3	F4	F5	F6	F7	F8
	Zati Aktif/Fase								
Minyak Ikan	Minyak	1	1	1	1	1	1	1	1
Tween 80	Surfaktan	10	1	2,5	10	7,5	5	1	5
Span 60	Kosurfaktan	1	10	7,5	1	2,5	5	10	5
		ad	ad	ad	ad	ad	ad	ad	ad
Aquadest	Fase Air	100	100	100	100	100	100	100	100

Perbandingan surfaktan dan kosurfaktan didapatkan dari aplikasi *desain expert 10*. Pada formula yang sama konsentrasinya, dibuat sebagai bukti bahwa pembuatan emulsi dibuat dengan benar dan perlakuan yang sama sehingga dapat menghasilkan hasil yang sama.

Pada optimasi surfaktan dan kosurfaktan ini dilakukan dengan cara, botol dikalibrasi hingga ad 50 ml lalu ditandai. Dalam lumpang panas dimasukkan span 60 sebanyak yang diinginkan dan minyak ikan sebanyak yang diinginkan (bahan 1), digerus homogen. Pada lumpang panas lainnya dimasukkan tween 80 sebanyak yang diinginkan serta penambahan *aquadest* panas dengan suhu 50°C sebanyak 5 ml (bahan 2), digerus homogen. Bahan 1 dicampurkan sedikit demi sedikit kedalam bahan 2, digerus homogen. Bahan yang tercampur dipindahkan kedalam *beaker glass* 250 ml dan di homogenizer dengan kecepatan 500 rpm dan waktu 20 menit, 40 menit, dan 60 menit. Selama proses homogenizer bahan harus tetap dalam suhu 50°C dengan cara *beaker glass* yang berisi bahan dialasi dengan baskom yang terisi oleh air dengan suhu 50°C. Agar suhu tidak turun maka air harus tetap di ukur suhunya menggunakan termometer dan tambahkan sisa *aquadest* panas dengan suhu 50°C kedalam campuran bahan, sedikit demi sedikit melalui pinggir *beaker glass*. Setelah proses homogenizer selesai, alat dimatikan dan bahan di pindahkan ke botol kaca bening 100 ml, lalu tutup rapat dan simpan pada suhu ruang.

Didiamkan hingga 24 jam untuk melihat kestabilan bahan tersebut. Lakukan cara ini dengan sebanyak dan selama waktu yang sudah ditentukan lalu diamati kestabilannya. Bahan yang stabil selama 24 jam dipisahkan dan akan dilanjutkan dengan penambahan zat tambahan.

C, Rancangan Formulasi Sediaan Emulsi

Tabel 2. Rancangan Formula Sediaan Emulsi Minyak Ikan

Nama Bahan	Kegunaan	Konsentrasi (%)
Minyak Ikan	Zat Aktif/Fase Minyak	1
Tween 80	Surfaktan	*
Span 60	Kosurfaktan	**
Sorbitol	Pemanis	20
Nipagin	Pengawet	0,01
Nipasol	Pengawet	0,1
BHT	Antioksidan	0,02
Essence strawberi	Pewarna	qs
Aquadest	Fase Air	ad 100

Keterangan :

* : Surfaktan yang terpilih

** : Kosurfaktan yang terpilih

E. Pembuatan Emulsi

Pembuatan emulsi minyak ikan, cara kerja sama dengan seperti cara kerja mencari perbandingan surfaktan dan kosurfaktan sebelumnya, hanya saja pada pembuatan nanoemulsi adanya penambahan zat tambahan seperti pengawet, antioksidan, pemanis dan pewarna. Fase minyak (minyak ikan, span 60, nipasol, dan BHT) dimasukan sesuai takaran dalam lumpang panas lalu gerus homogen. Fase air (tween 80, nipagin, sorbitol, dan aquadest 5ml) dimasukan sesuai takaran dalam lumpang panas terpisah dengan fase minyak, gerus homogen. Dicampurkan fase minyak kedalam fase air sedikit demi sedikit sambil di gerus. Pindahkan ke *beaker glass* 250 ml, lalu homogenizer dengan kecepatan 500 rpm dan waktu 20 menit, 40 menit dan 60 menit. Selama proses homogenizer, dimasukan *aquadest* sisa sedikit demi sedikit melewati dinding *beacker glass*. Terakhir tambahkan *essence strawberry* secukupnya hingga warna yang dihasilkan merah muda. Setelah semua selesai matikan alat dan pindahkan sediaan ke botol kaca bening 100 ml lalu tutup rapat dan simpan ditempat yang sesuai.

F. Uji Organoleptis

Uji dilakukan dengan cara mengamati bentuk, warna dan bau sediaan. Pengamatan ini dilakukan secara visual dan menggunakan panca indera (Fitriani dkk, 2016).

G. Penentuan Tipe Emulsi

Penentuan tipe emulsi bertujuan untuk menentukan tipe sediaan emulsi. Pada penentuan tipe emulsi ini dilakukan dengan dispersi larutan zat warna. Metode dispersi larutan zat warna dilakukan dengan cara sampel dimasukkan ke plat tetes, kemudian ditambahkan beberapa tetes metilen biru, jika warna biru terdispersi keseluruhan emulsi maka tipe emulsi nya tipe minyak dalam air (M/A) dan jika warna biru menggumpal maka tipe emulsi nya tipe air dalam minyak (A/M) (Nonci dkk, 2016).

H. Pengukuran Partikel

Pengukuran partikel dilakukan dengan cara pengiriman sampel ke Laboratorium Sentral Unpad. Ukuran droplet diukur dengan menggunakan *particle size analyzer* (PSA) dengan tipe *dynamic light scattering*. Sebanyak 10 ml sampel diambil dan dimasukkan kedalam kuvet. Kuvet yang telah diisi dengan sampel kemudian dimasukkan ke dalam sampel holder dan dilakukan analisis oleh instrumen (Yuliani dkk, 2016).

I. Pengukuran Persen Transmittan (%T)

Pengukuran persen transmittan dilakukan untuk melihat kejernihan dari sediaan emulsi. Dalam pengukuran transmittan ini sampel dimasukkan kedalam kuvet. Larutan diukur persen transmittan pada panjang gelombang 350 nm - 800 nm menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Aquadest digunakan sebagai blanko saat pengujian (Yuliani dkk, 2016).

J. Uji Viskositas

Viskositas diukur setelah pembuatan menggunakan *Viskometer Ostwald*. Pengukuran kekentalan dengan alat ini dilakukan dengan mengukur waktu yang dibutuhkan oleh cairan dalam jumlah tertentu melalui tabung kapiler yang dikalibrasi. Dalam pengukuran kekentalan suatu cairan tertentu, maka kekentalan cairan pembanding diketahui, seperti air sebesar 1,00 cPs (Fitriani dkk, 2016).

K. Uji pH

Pengukuran pH sediaan dilakukan dengan menggunakan pH meter. Sebelum digunakan, elektroda dikalibrasi atau diverifikasi dengan menggunakan larutan standar

dapar pH 4 dan 7. Proses kalibrasi selesai apabila nilai pH yang tertera pada layar telah sesuai dengan nilai pH standar dapar dan stabil. Setelah itu, elektroda dicelupkan kedalam sediaan. Nilai pH sediaan akan tertera pada layar. Pengukuran pH dilakukan pada suhu ruang (Yuliani dkk, 2016).

L. Uji Stabilitas Fisik

Pada pengujian ini dilakukan selama 28 hari, pada 3 suhu yang berbeda yaitu suhu dingin ($\pm 4^{\circ}\text{C}$), suhu panas ($\pm 40^{\circ}\text{C}$) dan suhu ruang ($\pm 27^{\circ}\text{C}$). Pada hari ke 0, 7, 14, 21 dan 28, dilakukan pengamatan seperti organoleptis, uji transmitan, viskositas dan pH. (Pratiwi, Fudholi, Martien, & Pramono, 2018).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini telah dilakukan di Laboratorium Penelitian dan Laboratorium Kimia STIKES HI Jambi serta Laboratorium Central UNPAD. Berikut ini adalah hasil dan pembahasan yang didasarkan pada permasalahan dan tujuan yang ingin dicapai dari penelitian ini.

A. Pemeriksaan bahan baku

Hasil pemeriksaan bahan baku menyatakan bahwa organoleptis dan kelarutan bahan yang digunakan dalam pembuatan emulsi minyak ikan (*oleum iecoris aselli*) sudah sesuai dengan literatur yaitu *Handbook of Pharmaceutical Excipients* dan Farmakope Indonesia Edisi V.

B. Optimasi Surfaktan dan Kosurfaktan

Pada tabel 1 terlihat bahwa perbedaan konsentrasi surfaktan dan kosurfaktan, hasil yang didapatkan dari optimasi surfaktan dan kosurfaktan yaitu pada konsentrasi tween 80 yang lebih tinggi memiliki bentuk yang cair, berwarna yang kuning transparan serta memiliki bau khas tween 80, sedangkan pada konsentrasi span 60 yang lebih tinggi memiliki bentuk yang cair, berwarna putih keruh serta memiliki bau khas span 60.

C. Formula Kontrol (F0)

Formulasi emulsi yang sudah terpilih dibuat formula kontrol (F0) yaitu tanpa penambahan zat aktif/minyak ikan untuk melihat perbandingan sediaan emulsi dengan formula kontrol (F0) nya menggunakan konsentrasi yang berbeda dan variasi waktu 20

menit, 40 menit dan 60 menit. Hasil pengamatan yang didapatkan dari formula kontrol (F0) ini yaitu pada konsentrasi tween 80 yang lebih tinggi memiliki bentuk yang cair berwarna merah muda transparan serta memiliki bau khas tween 80, sedangkan pada konsentrasi span 60 yang lebih tinggi memiliki bentuk yang cair, berwarna merah muda keruh serta memiliki bau khas span 60.

D. Formulasi Sediaan Emulsi

Formulasi sediaan emulsi yang sudah terpilih ditambah dengan bahan tambahan seperti pengawet (nipagin dan nipasol), pemanis (sorbitol), antioksidan (BHT) dan pewarna (essence strawberi) dengan konsentrasi yang berbeda dan variasi waktu 20 menit, 40 menit dan 60 menit.

E. Penentuan Tipe Emulsi

Pada uji ini menyatakan bahwa sediaan emulsi minyak ikan (*oleum iecoris aselli*) memiliki tipe emulsi minyak dalam air (M/A) karena *metilen blue* yang digunakan dalam pengujian ini dapat terdispersi menyeluruh kedalam sediaan emulsi.

F. Pengukuran Partikel

Ukuran partikel yang didapatkan dari formula 1 sediaan emulsi minyak ikan (*oleum iecoris aselli*) pada waktu pengadukan paling lama yaitu 60 menit adalah $0,376 \pm 0,342 \mu\text{m}$. Nilai ini termasuk kedalam mikroemulsi dimana ukuran mikroemulsi adalah $< 1 \mu\text{m}$.

G. Pengukuran Persen Transmittansi

Berdasarkan hasil percobaan yang telah dilakukan selama 28 hari dan pada ketiga suhu yaitu suhu dingin (4°C), suhu ruang (27°C) dan suhu ekstrem panas (40°C), formula 1 dan formula 4 sediaan emulsi minyak ikan (*oleum iecoris aselli*) didapatkan hasil transmittansi dengan rentang $\pm 95\% - \pm 99\%$, sedangkan pada formula 5 didapatkan hasil transmittansi dengan rentang $\pm 0,15\% - \pm 0,34\%$, rentang yang diperoleh juga berlaku untuk formula kontrol (F0) selama penyimpanan 28 hari dan pada ketiga suhu. Persen transmittansi yang sudah memenuhi syarat sistem emulsi yang jernih yaitu pada formula 1 dan 4 dengan persen transmittansi $\pm 95\% - \pm 99\%$ dimana rentang ini mendekati hasil transmittansi blanko (air) yaitu $\pm 100\%$.

H. Pengukuran Viskositas

Pengukuran viskositas ini menggunakan alat viscometer ostwald, yang didasarkan dari hasil transmittansi yang mendekati blanko, dimana blanko yang digunakan merupakan sistem newton. Berdasarkan hasil pengukuran viskositas untuk

formula sediaan dan formula kontrol (F0) yaitu dengan rentang 1,444 – 1,640 cPs. Hasil tersebut termasuk kedalam sistem newton dan sudah memenuhi persyaratan dimana diharapkan nilai yang diperoleh < 200 cPs.

I. Uji pH

Pada pengujian pH didapatkan bahwa nilai pH sediaan emulsi minyak ikan (*oleum iecoris aselli*) tetap stabil selama penyimpanan yaitu dengan rentang 4,7 – 5,4 namun mengalami peningkatan pada hari ke 28 yaitu sebesar 0,1 – 0,2 dari hari sebelumnya. Peningkatan nilai pH tersebut tidak berpengaruh terhadap sediaan karna kenaikannya tidak terlalu besar. Hal ini menunjukkan bahwa sediaan emulsi minyak ikan (*oleum iecoris aselli*) termasuk sediaan emulsi dengan pH asam lemah (3 – 6) pada semua formula.

KESIMPULAN

Dari penelitian yang telah dilakukan diperoleh bahwa sediaan emulsi minyak ikan (*oleum iecoris aselli*) dengan waktu pengadukan paling lama yaitu 60 menit dapat membuat ukuran partikel menjadi lebih kecil yaitu 0,376 µm pada formula 1 dengan perbandingan konsentrasi tween 80 dan span 60 adalah perbandingan 10 : 1. Dengan ukuran partikel yang termasuk mikromulsi membuat sediaan emulsi minyak ikan (*oleum iecoris aselli*) ini stabil selama penyimpanan dan pada ketiga suhu yang berbeda serta memiliki nilai transmittansi yang tinggi yaitu dengan rentang ±96% - ±99% serta memiliki nilai viskositas yang rendah yaitu 1,444 – 1,640 cPs dimana merupakan sistem newton.

SARAN

Dari penelitian yang telah dilakukan, peneliti menyarankan kepada peneliti selanjutnya untuk menggunakan waktu pengadukan yang lebih lama agar ukuran partikel menjadi lebih kecil sehingga dapat meningkatkan transmittansi dan menurunkan viskositas dan membuat sediaan stabil secara termodinamika.

DAFTAR PUSTAKA

- Departemen Kesehatan. 2014. *Farmakope Indonesia* (V). Jakarta: Kementerian Kesehatan RI.
- Fitriani, E. W., Imelda, E., Kornelis, C., & Avanti, C. 2016. Karakterisasi dan Stabilitas Fisik Mikroemulsi Tipe A / M dengan Berbagai Fase Minyak. *Pharm Sci Res*, 3(1) , 31–44.
- Lachman L., Herbert, A. L. & Joseph, L. K., 2008. *Teori dan Praktek Industri Farmasi Edisi III*, 1119-1120, Penerbit Universitas Indonesia, Jakarta.

- McClements, D. J., & Rao, J. 2011. Food-Grade Nanoemulsions : Formulation , Fabrication , Properties , Performance , Biological Fate , and Potential Toxicity. *Critical Reviews In Food Science and Nutrition*, 51: 285-330.
- Nonci, Y, F., Tahar, N., & Aini., Q. 2016. Formulasi dan Uji Stabilitas Fisik Krim Susu Kuda Sumbawa dengan Emulgator Nonionik dan Anionik. *Jf Fik Uinam*, 4(4).
- Pratiwi, L. Fudholi, A. Martien, R. & Pramono, S. (2018). Uji Stabilitas Fisik dan Kimia Sediaan SNEDDS (Self-nanoemulsifying Drug Delivery System) dan Nanoemulsi Fraksi Etil Asetat Kulit Manggis (*Garcinia mangostana* L.). *Traditional Medicine Journal*, 23(2), 84-90.
- Rowe, R. C., Sheskey, P. J., & Quinn, M. E. 2009. *Handbook of Pharmaceutical Excipients (Sixth Edit)*. London: Pharmaceutical Press.
- Talegaonkar, S., Azeem, A., Ahmad, F. J., Khar, R. K., Pathan, S. A., & Khan, Z. I. 2008. Microemulsions : A Novel Approach to Enhanced Drug Delivery. *Recent Patens On Drug Delivery & Formulation*, 2, 238–257.
- Yuliani, S. H., Hartini, M., Stephanie, Pudyastuti, B., & Istyatono, E. P. 2016. Perbandingan Stabilitas Fisis Sediaan Nanoemulsi Minyak Biji Delima dengan Fase Minyak Long-Chain Triglyceride dan Medium-Chain Triglyceride. *Traditional Medicine Journal*, 21(2), 93-98.