DETEKSI SENYAWA BIOAKTIF MIKROKAPSUL EKSTRAK KASAR TEH RUMPUT LAUT COKLAT (*Sargassum cristaefolium*) TERSALUT MALTODEKSTRIN:KAPPA KARAGENAN (SRC)

SKRIPSI
PROGRAM STUDI TEKNOLOGI HASIL PERIKANAN
JURUSAN MANAJEMEN SUMBERDAYA PERAIRAN

Oleh:
FITRIA TAHTA AL FINA
NIM. 125080300111009

FAKULTAS PERIKANAN DAN ILMU KELAUTAN
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2016

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

DETEKSI SENYAWA BIOAKTIF MIKROKAPSUL EKSTRAK KASAR TEH RUMPUT LAUT COKLAT (*Sargassum cristaefolium*) TERSALUT MALTODEKSTRIN:KAPPA KARAGENAN (SRC)

SKRIPSI
PROGRAM STUDI TEKNOLOGI HASIL PERIKANAN
JURUSAN MANAJEMEN SUMBERDAYA PERAIRAN

Oleh:
FITRIA TAHTA AL FINA
NIM. 125080300111009

Dosen Pembimbing I

(Dr. Ir. Hartati Kartikaningsih, MS)
NIP. 19640726 198903 2 004
Tanggal: 15 AUG 2016

Menyetujui
Dosen Pembimbing II

(Dr. Ir. Kartini Zaelanie, MP)
NIP. 19640919 198903 1 002
Tanggal: 15 AUG 2016

Mengetahui,
Ketua Jurusan
Manajemen Sumberdaya Perairan
Universitas Brawijaya

(Dr. Ir. Arning Wilujeng Ekawati, MS)
NIP. 19620805 198603 2 001
Tanggal: 15 AUG 2016

DETEKSI SENYAWA BIOAKTIF MIKROKAPSUL EKSTRAK KASAR TEH RUMPUT LAUT COKLAT *Sargassum cristaefolium* TERSALUT MALTODEKSTRIN:KAPPA KARAGENAN (SRC)

Fitria Tahta Al Fina[1], Hartati Kartikaningsih[2], Kartini Zaelanie[2]
Program Studi Teknologi Hasil Perikanan Universitas Brawijaya Malang

Ketertarikan terhadap rumput laut saat ini adalah prospek biodiversitas dari produk alami dengan kandungan bioaktif. Rumput laut *Sargassum* dilaporkan mengandung senyawa bioaktif dengan rentang aktivitas biologis yang luas, seperti *S. cristaefolium* dilaporkan mengandung senyawa flavonoid. Namun, senyawa bioaktif tersebut mudah mengalami kerusakan sehingga dilindungi dengan mikroenkapsulasi yang salah satunya menggunakan bahan penyalut berupa maltodekstrin:kappa karagenan. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui jenis senyawa bioaktif yang terkandung dalam mikrokapsul ekstrak kasar teh *Sargassum cristaefolium* tersalut maltodekstrin:kappa karagenan (SRC). Metode yang digunakan adalah metode eksploratif-deskriptif (tanpa hipotesis) dengan data yang diperoleh dari pengujian SEM, KLT, spektrofotometri UV-Vis, FTIR dan LC-MS. Hasil uji SEM menunjukkan bahwa mikrokapsul ekstrak kasar teh *Sargassum cristaefolium* tersalut maltodekstrin:kappa karagenan diduga pecah dan mengeluarkan senyawa bioaktifnya pada pH 3. Hasil identifikasi senyawa dengan KLT, spektrofotometri UV-Vis, FT-IR, dan LC-MS terhadap sampel tersebut menunjukan bahwa terdapat serapan pada λ^{max} 404 nm, berat molekul sanyawa dugaan sebesar 314 m/z (Rt 1,7) serta gugus-gugus fungsional antara lain O-H, C=O, C=C, C-H dan pada *fingerprint* terdeteksi adanya gugus C=C dengan posisi orto. Dengan demikian, mikrokapsul ekstrak kasar teh *Sargassum cristaefolium* diduga mengandung senyawa flavonoid turunan dari kuersetin yaitu 3,7-Dihidroksi-3',4'-dimetoksiflavon dengan rumus kimia $C_{17}H_{14}O_6$.

Kata kunci: Mikrokapsul, *Sargassum cristaefolium*, bioaktif

BIOACTIVE COMPOUNDS DETECTION IN MICROCAPSULE OF BROWN SEAWEED *Sargassum cristaefolium* TEA CRUDE EXTRACT COATED BY MALTODEXTRIN:KAPPA CARRAGEENAN (SRC)

Fitria Tahta Al Fina[1], Hartati Kartikaningsih[2], Kartini Zaelanie[2]
Fisheries Technology Brawijaya University

A recent interest in seaweeds is biodiversity prospecting for natural products with bioactive properties. Sargassum, one of brown seaweed species, has been reported containing bioactive compounds with wide range of biological activities, such as *S.cristaefolium* contains flavonoid compound. However, bioactive compounds were easily damaged, so these compound was protected by microencapsulation, such as using maltodextrin:kappa carrageenan (SRC) as coating materials. The purpose of this research was to detect the kind of bioactive compound in microcapsule of *S. cristaefolium* tea crude extract coated by maltodextrin:kappa carrageenan (SRC). This research used explorative-descriptive method (non hypothesis) and the data was obtained from SEM, TLC, spectrophotometry UV-Vis, FT-IR and LCMS testing. SEM testing showed that microcapsule of *S. cristaefolium* tea crude extract coated by maltodextrin:kappa carrageenan (SRC) was suspected cracking and releasing bioactive compounds at pH 3. Bioactive compound detection with TLC, spectrophotometry UV-Vis, FT-IR, and LC-MS testing showed that there was an absorption at λmax 404 nm; molecular weight of suspecting compound was 314 m/z (Rt 1.7); and the functional groups, OH, C=O, C=C , C-H and C=C with the ortho position, have been detected. So, microcapsule of *S.cristaefolium* tea crude extract was suspected containing quercetin derivate from flavonoid compounds, that was 3,7-Dihydroxy-3',4'-dimethoxiflavone with the chemical formula $C_{17}H_{14}O_6$.

Keywords: microcapsule, *Sargassum cristaefolium*, bioactive

1) Student at Faculty of Fisheries and Marine Sciences
2) Lecture at Faculty of Fisheries and Marine Sciences

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

PENDAHULUAN

Latar Belakang

Rumput laut merupakan bentuk makrobentos dari alga laut. Tiga kelompok besar rumput laut dibedakan berdasarkan pigmen fotosintesisnya yang dominan, yaitu *chlorophyta* (alga hijau) dengana klorofil, *phaeophyta* (alga coklat) dengan karotenoid dan *rodophyta* (alga merah) dengan fikobilin. Ketertarikan para peneliti terhadap rumput laut saat ini adalah prospek biodiversitas dari produk alami dengan kandungan bioaktif (Trono, 1968). Di antara berbagai organisme laut, rumput laut merupakan sumber yang kaya akan senyawa bioaktif dengan berbagai aktivitas biologis (Li *et al.*, 2011).

Jenis rumput laut yang tumbuh di Indonesia sangat banyak dan salah satu di antaranya yang dikenal luas karena bernilai ekonomis tinggi adalah *Sargassum*. Rumput laut dari kelompok alga coklat tersebut paling banyak dilaporkan mengandung senyawa bioaktif. Rentang aktivitas biologis yang dilaporkan dari genus rumput laut ini sangat luas, seperti aktivitas aktiosidan dari ekstrak segar *S. polycystum* dan ekstrak kasar methanol *S. muticum*, serta antitumor dari polisakarida yang diesktrak dari *S. stenophyllum* (Hayes, 2012). Selain itu Hapsari (2015) juga melaporkan bahwa batang dan daun rumput laut *S. cristaefolium* baik dalam kondisi segar, kering maupun teh positif mengandung senyawa flavonoid.

Flavonoid merupakan golongan terbesar dari senyawa polifenol yang sangat efektif sebagai antioksidan (Astawan dan Kasih, 2008). Senyawa tersebut juga memiliki berbagai aktivitas yang menguntungkan untuk kesehatan manusia seperti antihepatoksik, antiinflamasi, antialergi, antiosteoporosis, anti kanker, dan neuroprotektif (Zabicky, 2009). Saat ini lebih dari 6.000 senyawa yang berbeda masuk dalam golongan flavonoid. Namun, menurut Lompas *et al.* (2012) senyawa flavonoid sangat mudah teroksidasi.

Untuk memperlambat atau menghindari terjadinya oksidasi pada industri pangan menurut Ahn *et al.* (2008) dengan menggunakan teknologi enkapsulasi. Menurut Aguilera dan Lillford (2008) pada enkapsulasi, komponen bahan primer seperti bioaktif (*core material*) dibungkus dengan bahan sekunder (*wall material* atau *encapsulant*) lalu dibentuk menjadi partikel-partikel kecil. Bahan enkapsulan untuk pangan dapat diperoleh dari alam seperti dari golongan protein (misalnya protein kedelai), karbohidrat (misalnya maltodekstrin dan karagenan) dan lemak (misalnya glikolipid). Berdasarkan hasil penlitian Irawanti (2015), kappa karagenan (SRC) dan maltodekstrin dapat digunakan sebagai bahan enkapsulan ekstrak teh *S. cristaefolium* dengan perbandingan terbaik 0,75:19,25%.

Ekstrak *S. cristaefolium* yang telah tersalut kemudian harus terlepaskan kembali (*release*) dari penyalutnya saat dikonsumsi agar bioaktif dari ekstrak teh tersebut dapat diserap dan dimanfaatkan oleh tubuh. Proses pelepasan penyalut menurut Mishra (2016) mungkin diatur oleh pengontrolan tingkat kelarutan enkapsulan dan juga efek pH. Sistem pencernaan manusia menyediakan kondisi pH yang berbeda-beda di setiap bagian salurannya. Menurut Gad (2008) pH 1,2 sampai 3,5 (asam kuat) di lambung, pH 5 sampai 6 (asam mendekati netral) di usus duabelas jari, pH 6,5 sampai 8 (asam lemah, netral sampai basa lemah) di usus halus dan usus besar. Diduga di salah satu kondisi pH

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

saluran pencernaan tersebut penyalut dapat mulai terlepas sehingga senyawa bioaktif yang dikandungnya keluar. Setelah melewati tahap pelepasan tersebut, perlu diketahui senyawa bioaktif yang masih berada pada enkapsulat. Oleh karena itu, diperlukan penelitian mengenai pendeteksian senyawa bioaktif mikrokapsul ekstrak kasar teh *S. cristaefolium* tersalut maltodekstrin:kappa-karagenan (SRC).

Perumusan Masalah

Rumusan masalah dari penelitian ini adalah senyawa bioaktif apa yang terkandung dalam mikrokapsul ekstrak kasar teh *Sargassum cristaefolium* tersalut maltodekstrin:kappa karagenan (SRC)?

Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui jenis senyawa bioaktif yang terkandung dalam mikrokapsul ekstrak kasar teh *Sargassum cristaefolium* tersalut maltodekstrin:kappa karagenan (SRC).

Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah bagi pelajar/mahasiswa/peneliti: sebagai bahan penyempurna penelitian sebelumnya dan bahan acuan untuk penelitian selanjutnya, serta bagi masyarakat: sebagai bahan referensi, masukan dan perangsang ide-ide pengetahuan yang lain untuk meningkatkan nilai tambah terhadap hal-hal yang masih berhubungan dengan penelitian ini.

Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Maret sampai Mei 2016. Sampel alga coklat jenis *Sargassum cristaefolium* diperoleh dari Pantai Ponjuk, Pulau Talango, Kabupaten Sumenep, Madura. Proses preparasi sampel dilaksanakan di Laboratorium Budidaya Air Tawar Sumber Pasir FPIK UB, Malang; proses ekstraksi, enkapsulasi, pengujian kadar air, total padatan dan kromatografi lapis tipis dilaksanakan di Laboratorium Keamanan Hasil Perikanan FPIK UB, Malang; *freeze drying* dilaksanakan di Laboratorium Teknik Kimia Politeknik Negeri Malang; pengujian *Scanning Elektronic Microscopy* (SEM) dilaksanakan di Laboratorium Institut Biosains UB Malang; pengujian spektrofotometri UV-Vis dilaksanakan di Laboratorium Sains Terpadu Universitas Negeri Malang; pengujian *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) dilaksanakan di Laboratorium Kimia Farmasi Universitas Airlangga Surabaya; serta pengujian *Liquid Chromatography–Mass Spectrometry* (LC-MS) dilaksanakan di Pusat Penelitian Kimia LIPI Serpong Tangerang.

METODE PENELITIAN

Materi Penelitian

Materi penelitian terdiri dari bahan-bahan dan peralatan yang digunakan dalam penelitian. Bahan-bahan dan peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain sebagai berikut.

Bahan-bahan Penelitian

Bahan utama untuk pembuatan teh berupa rumput laut coklat *Sargassum cristaefolium*. Bahan-bahan yang digunakan dalam pembuatan teh antara lain: kapur (gamping) dan air. Bahan-bahan yang digunakan untuk perlakuan ekstraksi antara lain: etanol PA dan kertas saring *Whatmann* nomor 1. Bahan yang digunakan untuk pengujian KLT antara lain: plat silika gel 60 GF_{254} MERCK dan etanol PA. Bahan yang digunakan untuk uji total padatan adalah kertas saring *Whatmann* nomor 41. Bahan-bahan yang digunakan untuk perlakuan mikroenkapsulasi antara lain: maltodekstrin, kappa karagenan

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

(SRC) dan aquadest. Sementara itu, bahan-bahan yang digunakan untuk perlakuan pH antara lain: dinatrium fosfat (Na_2HPO_4), asam sitrat monohidrat ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$), aquadest dan kertas saring *Whatmann* nomor 41. Pada setiap perlakuan juga dibutuhkan bahan-bahan pendukung seperti air, kertas label, alumunium foil dan tisu.

Peralatan Penelitian

Peralatan pembuatan teh antara lain: gunting, nampan, baskom, akuarium besar, timbangan digital, *beaker glass* 2000 ml, terpal dan oven. Peralatan yang digunakan untuk ekstraksi antara lain: *blander,* ayakan 60 mesh, timbangan digital, gelas ukur 100 ml, botol kaca gelap, *magnetic stirrer*, *hot plate*, sentrifuge, cuvet, *beaker glass* 250 ml dan *rotary evaporator*. Peralatan uji KLT antara lain: *chamber* (botol selai kaca), gelas ukur 10 ml, pipa kapiler, pensil dan penggaris. Peralatan uji total padatan antara lain: botol timbang, Loyang, oven, desikator, *crushible tong,* gelas ukur 100 ml, dan timbangan analitik. Peralatan mikroenkapsulasi antara lain: timbangan digital, *beaker glass* 100 ml, *hot plate*, *magnetic stirrer* dan *freeze dryer*. Peralatan untuk perlakuan pH antara lain: *beaker glass* 50 ml, corong kaca, labu ukur 100 ml, timbangan digital, pipet volum dan bola hisap. Sementara itu, peralatan uji yang digunakan antara lain *scanning electron microscope*, *spektrofotometer uv-vis, Fourier Transform Infrared Spectroscope* dan *Liquid Chromatography–Mass Spectrometer*.

Prosedur Penelitian

Prosedur penelitian meliputi pembuatan teh *Sargassum cristaefolium*, ekstraksi, mikroenkapsulasi, dan perlakuan pH serta analisis uji.

Pembuatan Teh

Rumput laut *S. cristaefolium* dicuci, kemudian diambil daun dan batang mudanya saja. Daun dan batang muda kemudian direndam menggunakan larutan kapur (0,5%) pH 11 dengan perbandingan kira-kira 250 ml air : 1 g kapur : 12,5 g rumput laut selama 4 jam. Selanjutnya, rumput laut direndam dengan air bersih selama 24 jam dengan pergantian air pada pagi dan sore hari. Setelah perendaman selesai, sampel dikeringkan dengan diangin-anginkan sampai kira-kira agak kering (lembap) kemudian dilanjutkan dengan pengovenan bersuhu 50°C selama sekitar 15 jam. Pada akhir proses ini didapatkan sampel kering.

Ekstraksi Teh

Sampel kering *S. cristaefolium* dihaluskan menggunakan *blander*, kemudian diayak menggunakan ayakan 60 mesh. Selanjutnya, ditimbang sebanyak 60 gram lalu ditambah etanol PA sebanyak 450 ml. Larutan kemudian dimasukkan dalam botol kaca gelap lalu dipanaskan dengan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dan *hot plate* pada suhu 40°C selama ±3 jam dalam suasana gelap. Setelah ±3 jam, larutan kemudian dimasukkan dalam cuvet untuk disentrifugasi dengan kecepatan 4000 rpm selama 10 menit. Selanjutnya supernatant disaring dengan kertas saring *Whatmann* nomor 1, kemudian dipekatkan dengan *rotary evaporator* pada suhu 40°C selama 45 rpm, sehingga pada akhir proses ini didapatkan ekstrak pekat.

Uji Total Padatan

Ekstrak pekat yang dihasilkan dari evaporasi dikocok, lalu diukur sebanyak 25 ml dan dimasukkan dalam botol timbang, kemudian dipanaskan pada *hot plate* sampai kering. Setelah itu, botol timbang dioven dengan suhu 105°C selama 1 jam, lalu

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

dimasukkan desikator selama 15 menit kemudian ditimbang dengan timbangan analitik. Botol timbang selanjutnya dimasukkan desikator kembali dan ditimbang kembali sampai diperoleh berat konstan (B). Kadar padatan total dihitung dengan rumus sebagai berikut.

$$\text{Kadar padatan total (g/ml)} = \frac{(B-A)}{ml\ sampel}$$

Uji KLT

Sebelum dilakukan pengujian, dilakukan preparasi terlebih dahulu, di mana 0,5 g sampel dan kuersetin (standar) masing-masing dilarutkan dalam 2 ml pelarut, sedangkan *chamber* dijenuhkan dengan fase cair berupa etanol PA sekitar 10 ml dan fase gerak berupa plat KLT dipotong dengan ukuran 5x1 cm lalu diberi garis start sekitar 1 cm dari ujung bawah dan garis finish sekitar 0,5 cm dari ujung atas. Setelah sampel, *chamber* dan plat siap, kemudian sampel dan standar masing-masing ditotolkan di tengan garis start plat KLT menggunakan pipa kapiler lalu ditunggu sekitar 1 menit. Selanjutnya, plat dimasukkan ke dalam *chamber* yang telah jenuh dan terisi oleh fase gerak dengan bagian start di bawah (tercelup fase gerak) lalu *chamber* ditutup dan ditunggu sampai fase gerak mencapai garis finish. Setelah mencapai garis finish, plat diambil dari dalam *chamber* dan noda berwarna yang terbawa oleh fase gerak pada plat ditandai dengan pensil lalu diukur jaraknya dari garis start, jika noda tidak berwana maka perlu pengidentifikasian dengan uap iodium dan lampu UV. Selanjutnya dihitung nilai Rf dengan rumus sebagai berikut.

$$\text{Rf} = \frac{jarak\ yang\ ditempuh\ noda\ sampel}{jarak\ yang\ ditempuh\ pelarut}$$

Untuk tujuan analisis kualitatif maka Rf sampel dibandingkan dengan Rf standar otentik yang telah dielusi bersama-sama dengan sampel.

Mikroenkapsulasi

Pembuatan bahan penyalut dilakukan dengan cara mencampurkan 19,25 gram maltodekstrin dengan 0,75 gram kappa karagenan (SRC) yang dilarutkan dengan aquadest sampai 100 ml, lalu dihomogenkan menggunakan *magnetic stirrer* dan *hot plate* bersuhu 70°C sampai larut. Setelah itu, larutan dijenuhkan selama semalam sehingga didapatkan larutan penyalut dengan konsentrasi 20% (19,25% maltodekstrin : 0,75% kappa karagenan).

Setelah larutan penyalut siap, kemudian ditambahkan 25% sampel yang sebelumnya telah diuji total padatan sehingga didapatkan konsentrasi 25% dari 20% penyalut adalah sebanyak 10,5 ml ekstrak pekat. Selanjutnya dihomogenkan dengan *magnetic stirrer* kecepatan penuh selama ±5 menit. Setelah itu, larutan dikeringkan dengan *freeze dryer* pada suhu -70,8°C selama 36 jam, sehingga pada akhir proses ini didapatkan mikrokapsul ekstrak teh *Sargassum cristaefolium*.

Perlakuan pH

Larutan buffer pH menggunakan larutan dinatrium fosfat 0,2 M dan asam sitrat monohidrat 0,1 M. Pembuatan larutan stok dinatrium fosfat 0,2 M dilakukan dengan melarutkan 2,84 gram dinatrium fosfat dengan aquadest sampai 100 ml, lalu dihomogenkan. Sedangkan pembuatan larutan stok asam sitrat monohidrat 0,1 M dilakukan dengan melarutkan 2,10 gram asam sitrat monohidrat dengan aquadest sampai 100 ml, lalu dihomogenkan.

Tahap selanjutnya untuk pembuatan buffer pH 3, 6 dan 8 dengan mencapurkan larutan dinatrium fosfat 0,2 M dan asam sitrat monohidrat 0,1 M dengan volume tertentu. Setelah larutan buffer siap, kemudian sampel

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

mikrokapsul ditimbang, untuk masing-masing buffer 3 gram sampel. Sampel kemudian dibiarkan terendam sampai ±5 jam. Setelah 5 jam, kemudian disaring. Residu kemudian dikeringkan dengan dibiarkan pada suhu ruang. Setelah residu kering, didapatkan sampel yang siap untuk diuji.

Uji SEM, Spektro UV-Vis, FT-IR dan LC-MS

Uji spektro UV-Vis dilakukan dengan alat spektrofotometri merk Cary 50 dengan panjang gelombang 404 nm. Sementara itu, LC-MS dilakukan dengan alat LC-MS merk Mariner Biospectrometry Hitachi L 6200 sistem ESI modus positif kolom C18 phenomenex dengan eluent berupa methanol.

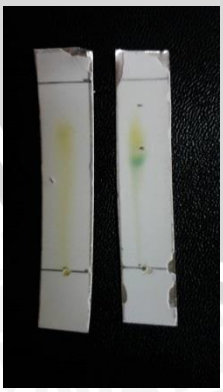
HASIL DAN PEMBAHASAN

Deteksi Senyawa Bioaktif Menggunakan KLT

Hasil KLT dapat dilihat pada Tabel 1 dan Gambar 1.

Tabel 1. Nilai Rf KLT

Sampel	Rf (x100)
Ekstrak *S. cristaefolium*	80
Kuersetin	80
Kuersetin (Harborne, 1987)	76

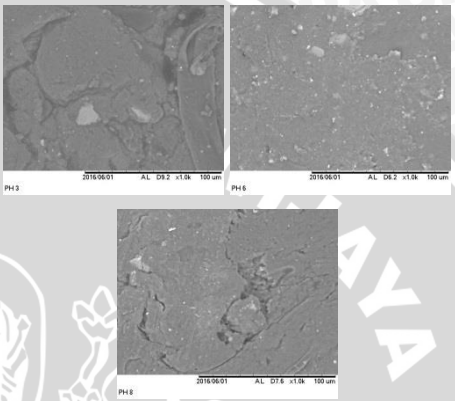


Gambar 1. Hasil KLT

Berdasarkan hasil tersebut, nilai Rf sampel ekstrak kasar *S. cristaefolium* sama dengan nilai Rf kuersetin. Oleh karena itu, sampel positif mengandung senyawa flavonoid.

Struktur Permukaan Mikrokapsul dengan Pengamatan SEM

Struktur permukaan mikrokapsul ekstrak teh *S. cristaefolium* pada perlakuan pH berbeda yang diamati menggunakan SEM dengan perbesaran 1000x dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Struktur mikrokapsul ekstrak teh *S. cristaefolium* pH 3, 6 dan 8

Berdasarkan hasil pengujian SEM, struktur permukaan penyalut pada pH 3 yang ditunjukkan oleh Gambar a memiliki permukaan yang paling kasar dan terlihat sekali banyak kerutan/retakan di semua sisi dibanding struktur permukaan penyalut yang lain. Pada pH 6 yang ditunjukkan oleh gambar b permukaannya terlihat paling rata. Sementara itu pada pH8 yang ditunjukkan oleh Gambar c terlihat retakan-retakan di beberapa sisi sedangkan pada sisi yang lain masih telihat sangat halus. Berdasarkan hasil SEM tersebut, diduga pada pH asam terjadi hidrolisis yang menyebabkaan putusnya ikatan glikosidik pada maltodekstrin dan kappa karagenan sehingga penyalut mengalami *cracking* (pecah) yang menyebabkan senyawa bioaktif *release* (keluar).

Potensi membentuk gel dan viskositas larutan karagenan akan menurun dengan menurunnya pH, karena ion H+ membantu

repository.ub.ac.id
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

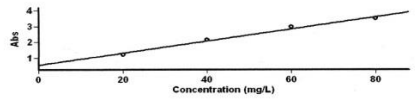
proses hidrolisis ikatan glikosidik pada molekul karagenan (Angka dan Suhartono, 2000). Karagenan menurut Necas dan Bartosikova (2013) banyak terdegradasi pada lambung, dimana suasana pH sangat rendah. Ketika kappa karagenan diinkubasi pada sekitar pH 1,2 dan suhu 37°C selama 3 jam terjadi pemecahan ikatan glikosidik sekitar 0,1%, sedangkan pada pH 1 selama 6 jam pemecahan yang terjadi lebih drastis lagi dibanding suasana sebelumnya, dan pH lambung biasanya lebih tinggi. Sementara itu, kappa karagenan tidak terhidrolisis pada pH 8. Kondisi pada usus tidak dapat mendegradasi karagenan, meskipun di dalamnya juga terdapat microbial flora. Sejumlah besar bakteri usus dapat mendegradasi karagenan hanya jika bahan tersebut bercampur dengan 20% gula. Sementara itu, Dumitriu (2004) menjelaskan bahwa meskipun maltodekstrin diproduksi dengan hidrolisis asam tetap pada praktiknya hidrolisis asam dapat membentuk terlalu banyak glukosa bebas sehingga sangat mudah terjadi retrogradasi.

Deteksi Senyawa Bioaktif Menggunakan Spektrofotometri UV-Vis

Hasil absorbansi sampel dan kadar equivalen dapat dilihat pada Tabel 2, sedangkan kurva standar kuersetin dapat dilihat pada Gambar 3.

Tabel 2. Absorbansi spektrofotometri UV-Vis dan kadar equivalen

Sampel (10.000 ppm)	Absorbansi (404 nm)	Kadar Equivalen (gQE/g)
pH 3	2,9476	0,0063
pH 6	0,7960	0,0007
pH 8	0,9033	0,0009



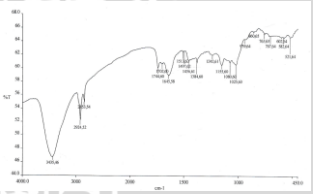
y = 0,03811x + 0,53986

Gambar 3. Kurva standar kuersetin

Berdasarkan hasil uji tersebut, sampel positif mengandung senyawa flavonoid. Sampel pH 3 memiliki kadar tertinggi, kemudian pH 8 dan pH 6 memiliki kadar terendah. Hasil tersebut diduga berhubungan dengan hasil SEM yang telah dijelaskan pada sub bab sebelumnya bahwa pada pH 3 diduga kapsul yang menyalut pecah sehingga senyawa pada mikrokapsul *release* atau keluar dari penyalutnya, sehingga sampel pada pH 3 memiliki kadar equivalen senyawa flavonoid tertinggi.

Deteksi Senyawa Bioaktif Menggunakan FT-IR dan LCMS

Hasil FT-IR (Lampiran 12) menunjukkan gugus-gugus fungsional senyawa bioaktif yang diduga terdapat pada mikrokapsul ekstrak kasar teh *S. cristaefolium* dapat dilihat pada Gambar 4 dan Tabel 3.



Gambar 4. Spektrum FT-IR mikrokapsul ekstrak kasar teh *S. cristaefolium*

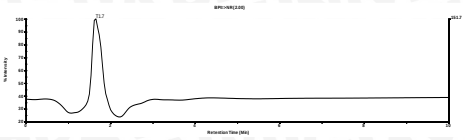
Tabel 3. Gugus fungsional pita serapan FT-IR

Sampel			Kuersetin	
Daerah serapan (cm⁻¹)	Gugus Dugaan		Daerah Serapan (cm⁻¹)	Gugus
3435	Regang O-H	Alkohol,fenol	3369	O-H
2924 & 2853	Regang C-H	Alifatik	2956	C-H alifatik
1744 & 1702	Regang C=O	Keton	1658	C=O
1645 & 1513	Regang C=C	Aromatik	1574	C=C aromatik
1497-1384	Ulur C-H		1498-1359	C-H
1242-1025	Ulur C-O		1272-1143	C-O
939	Regang -O-			
763	Ulur C=C	Orto	821	C=C

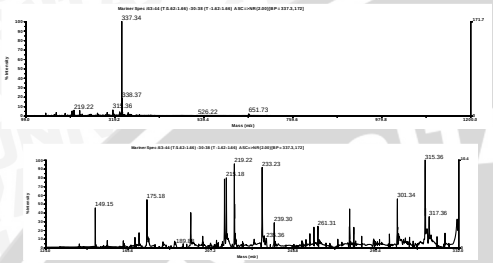
Daerah-daerah serapan dan gugus-gugus dugaan tersebut tidak berbeda jauh dengan daerah-daerah serapan dan gugus-gugus fungsional kuersetin yang juga ditunjukkan oleh Tabel 3, kecuali pada *fingerprint* di daerah serapan 939 cm^{-1} yang menunjukkan regang –O- dan 763 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus C=C dengan posisi orto.

Uji LC-MS menunjukan terbentuknya 1 puncak waktu retensi yaitu 1,7 menit. Pola

spektrum LC-MS dapat dilihat pada Gambar 5 dan 6.



Gambar 5. Spektrum LC mikrokapsul ekstrak kasar teh *S. cristaefolium*



Gambar 6. Spektrum MS mikrokapsul ekstrak kasar teh *S. cristaefolium*

Hasil LC-MS menunjukkan massa ion dan dugaan pecahan molekul yang ditunjukka oleh Tabel 4.

Tabel 4. Massa Ion dan dugaan pecahan molekul

Massa ion (m/z)	Dugaan Pecahan ion molekul	Massa Senyawa Dugaan (m/z)
337,34	$C_{17}H_{14}O_6$-Na	314
315,36	$C_{17}H_{14}O_6$-H	
651,73	$2(C_{17}H_{14}O_6)$-Na	

Ketiga *peak* yang diduga sebagai ion molekuler tersebut menunjukkan fragmentasi senyawa dengan berat molekul 314 m/z. Berdasarkan penelusuran berat molekul golongan flavonoid pada *massbank*, senyawa dengan berat molekul 314 m/z diduga adalah senyawa flavonoid turunan dari kuersetin yaitu 3,7-Dihidroksi-3',4'-dimetoksiflavon dengan rumus kimia $C_{17}H_{14}O_6$. Senyawa tersebut juga memiliki gugus-gugus fungsional yang ditunjukkan oleh hasil FT-IR yang telah sebelumnya.

KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan

Mikrokapsul ekstrak teh rumput laut coklat *Sargassum cristaefolium* tersalut maltodekstrin:kappa karagenan diduga pecah dan mengeluarkan senyawa bioaktifnya pada pH 3. Hasil identifikasi senyawa dengan KLT, spektrofotometri UV-Vis, FT-IR, dan LC-MS terhadap sampel tersebut menunjukan bahwa terdapat serapan pada λ^{max} 404 nm, berat molekul sanyawa dugaan sebesar 314 m/z (Rt 1,7) serta gugus-gugus yang terdeteksi antara lain O-H, C=O, C=C, C-H dan pada *fingerprint* terdeteksi adanya gugus C=C dengan posisi orto. Dengan demikian, mikrokapsul ekstrak kasar teh *Sargassum cristaefolium* diduga mengandung senyawa flavonoid turunan dari kuersetin yaitu 3,7-Dihidroksi-3',4'-dimetoksiflavon dengan rumus kimia $C_{17}H_{14}O_6$.

Saran

Disarankan untuk melakukan penelitian lebih lanjut dengan ekstrak yang telah difraksinasi/dimurnikan dan identifikasi dilengkapi dengan analisis NMR sehingga diketahui struktur senyawa secara mutlak.

DAFTAR PUSTAKA

Aguilera, J. M., and P. J. Lillford. 2008. **Food Materials Science: Principles and Practice**. Springer: New York.

Ahn, J. H., Y. P. Kim, Y. M. Lee, E. M. Seo, K. W. Lee and H. S. Kim. 2008. **Optimization of Microencapsulation of Seed Oil by Response Surface Methodology**. *J. Food Chem.* **107**: 98-105.

Angka S.L., dan Suhartono T.S. 2000. **Bioteknologi Hasil Laut**. Pusat Kajian Sumber Daya Pesisir dan Lautan: Bogor.

Astawan, M., dan A. L. Kasih. 2008. **Khasiat Warna-Warni Makanan**. PT. Gramedia Pustaka Utama: Jakarta.

Dumitriu, S. 2004. **Polysaccharides: Stuctural Diversity and Fucntional Versatility**. CRC Press: New York.

Gad, S. C. 2008. **Preclinical Development Handbook: ADME and Biopharmaceutical Properties**. Wiley-Interscience: Canada.

Hapsari, N. Z. 2015. **Studi Kadar Kuersetin Pada "Teh" Batang Daun Alga Coklat Sargassum Cristaefolium**. Skripsi. Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan Universitas Brawijaya: Malang.

Hayes, M. 2012. **Marine Bioactive Compounds**. Springer: New York.

Irawanti, R. 2015. **Pengaruh Perbandingan Penyalut Kappa Karagenan (SRC) dan Maltodekstrin terhadap Kualitas Enkapsulat Ekstrak Teh Alga Coklat *Sargassum cristaefolium* dengan Metode *Freeze Drying***. Skripsi. Universitas Brawijaya: Malang.

Li, Y. X., I. Wijesekara, Y. Li and S. K. Kim. 2011. **Phlorotannins as Bioactive Agents from Brown Algae**. *J. Proc Biochem*. **46**: 2219-2224.

Lompas, R. A., H. J. Edy dan A. Yudistira. 2012. **Isolasi dan Identifikasi Flavonoid dalam Daun Lamun (*Syringodium isoetifolium*)**. Universitas Sam Ratulangi: Manado.

Mishra, M. 2016. **Handbook of Encapsulation and Controlled Release**. CRC Press: New York.

Necas, J., and L. Bartosikova. 2013. **Carrageenan: a review**. *Veterinarni Medicina*. **58**: 187-205.

Trono, G. C. Jr. 1968. **Seaweeds**. Online. http://www.fao.org/3/aw7191e/w7191e03.pdf. Diakses pada tanggal 30 Juli 2016 pukul 12.20 WIB.

Zabicky, J. 2009. **The Chemistry of Metal Enolates**. Wiley-Interscience: Canada.