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

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

Sebagai Salah Satu Syarat untuk Meraih Gelar Sarjana Perikanan
Di Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan
Universitas Brawijaya

Oleh:
FITRIA TAHTA AL FINA
NIM. 125080300111009

FAKULTAS PERIKANAN DAN ILMU KELAUTAN
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2016

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

Oleh:

FITRIA TAHTA AL FINA
NIM. 125080300111009

telah dipertahankan di depan penguji
pada tanggal 5 Agustus 2016
dan dinyatakan telah memenuhi syarat
SK Dekan No.: _____
Tanggal: _____

Dosen Penguji

(Dr. Ir. Yahya, MP)
NIP. 19630706 199003 1 005
Tanggal: _____
15 AUG 2016

Menyetujui
Dosen Pembimbing I

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

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

PERNYATAAN ORISINALITAS

Dengan ini saya menyatakan bahwa dalam skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, dan sepanjang pengetahuan saya juga tidak terdapat karya atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain kecuali yang tertulis dalam naskah ini dan disebukan dalam daftar pustaka.

Apabila kemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil penjiplakan (plagiasi), maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut, sesuai hokum yang berlaku di Indonesia.

Malang, 21 Juli 20116

Mahasiswa

Fitria Tahta Al Fina

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis menyampaikan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Allah SWT yang telah memberikan karunia berupa kekuatan kepada penulis sehingga dapat menyelesaikan penelitian dan laporan skripsi ini.
2. Ibu Dr. Ir. Hartati Kartikaningsih, MS. selaku dosen pembimbing I dan Ibu Dr. Ir. Kartini Zaelanie, MP. Selaku pembimbing II yang dengan sabar telah menuntun dan memberikan pengarahan serta atas waktu, pikiran dan saran yang telah diberikan kepada penulis selama jalannya penelitian sampai penyusunan laporan skripsi ini hingga selesai.
3. Bapak Dr. Ir. Yahya, MP. selaku dosen penguji yang telah meluangkan waktu untuk memberikan pengarahan, kritik dan saran dalam penyelesaian laporan skripsi ini.
4. Sujud dan terimakasih yang dalam penulis sampaikan kepada Bapak (Maliki), Ibu (Muninten), kakak-kakak (Yuk Na, Yuk Ul dan Yuk Ila) serta adik (Diana) tercinta, atas dorongan yang kuat, semangat dan do'a.
5. Teman-teman sebimbingan Ibu Hartati, THP 2012, Bibican sahabat seperjuangan dan keluarga Hartisah yang telah banyak memberikan do'a, semangat dan bantuan serta ikut berperan dalam memperlancar jalannya penelitian dan penulisan laporan skripsi ini.
6. Semua pihak yang ikut berjasa yang tidak mungkin disebutkan satu per satu.

Kepada semua pihak tersebut semoga amal baik yang telah diberikan mendapat limpahan rahmat dari Allah SWT, Aamiin.

Malang, 21 Juli 2016

Penulis

RINGKASAN

FITRIA TAHTA AL FINA. Skripsi tentang Deteksi Senyawa Bioaktif Mikrokapsul Ekstrak Teh Rumput Laut Coklat *Sargassum cristaefolium* Tersalut Maltodekstrin:Kappa Karagenan (SRC) (di bawah bimbingan **Dr. Ir. Hartati Kartikaningsih, MS** dan **Dr. Ir. Kartini Zaelanie, MP**).

Ketertarikan para peneliti 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. 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. Diduga di salah satu kondisi pH 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.

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui jenis senyawa bioaktif yang terkandung dalam mikrokapsul ekstrak kasar teh *Sargassum cristaefolium* tersalut maltodekstrin:kappa karagenan (SRC). Penelitian dilaksanakan pada bulan Maret sampai Mei 2016. Metode yang digunakan adalah metode eksploratif-deskriptif (tanpa hipotesis) untuk mendapatkan kesimpulan senyawa bioaktif dari mikokapsul ekstrak teh *Sargassum cristaefolium* tersalut maltodekstrin:kappa karagenan (SRC) dengan data yang diperoleh dari pengujian SEM, KLT, spektrofotometri UV-Vis, FTIR dan LC-MS.

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 $C_{17}H_{14}O_6$.

KATA PENGANTAR

Dengan memanjatkan puji syukur kehadirat Allah SWT, atas limpahan rahmat dan karuniaNya sehingga terselesaikannya laporan Skripsi yang berjudul Deteksi Senyawa Bioaktif Mikroenkapsulasi Ekstrak Kasar Teh Rumput Laut Coklat *Sargassum cristaefolium* Tersalut Maltodekstrin:Kappa Karagenan (SRC). Di dalam tulisan ini, disajikan pokok-pokok bahasan meliputi pendahuluan, tinjauan pustaka, materi dan metode penelitian, hasil dan pembahasan, serta kesimpulan dan saran. Dalam pembuatan laporan, penulis mengambil referensi-referensi baik dari buku, internet maupun artikel serta jurnal untuk dijadikan tinjauan pustaka yang dapat mendukung penyusunan laporan ini.

Sangat disadari bahwa dengan kekurangan dan keterbatasan yang dimiliki penulis, walaupun telah dikerahkan segala kemampuan untuk lebih teliti, tetapi masih dirasakan banyak kekurang tepatan, oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun. Semoga persembahan sederhana ini dapat bermanfaat bagi para pembaca khususnya bagi mahasiswa Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan, Universitas Brawijaya.

Malang, 21 Juli 2016

Penulis

DAFTAR ISI

Halaman Judul i

Halaman Pengesahan ii

Pernyataan Orisinalitas iii

Ucapan Terima Kasih iv

Ringkasan v

Kata Pengantar vi

Daftar Isi vii

Daftar Tabel ix

Daftar Gambar x

Daftar Lampiran xi

1. PENDAHULUAN
   - 1.1 Latar Belakang 1
   - 1.2 Perumusan Masalah 3
   - 1.3 Tujuan 3
   - 1.4 Manfaat Penelitian 3
   - 1.5 Waktu dan Tempat Penelitian 4

2. TINJAUAN PUSTAKA
   - 2.1 Alga Coklat *Sargassum cristaefolium* 5
   - 2.2 Senyawa Bioaktif 6
   - 2.3 Ekstraksi 8
   - 2.4 Teh 10
   - 2.5 Mikroenkapsulasi 11
   - 2.6 Kappa Karagenan (SRC) 14
   - 2.7 Maltodekstrin 16
   - 2.8 Spektrofotometri Ultra Violet dan Tampak (*UV-Visible*) 17
   - 2.9 *Scanning Elektron Microscopy* (SEM) 18
   - 2.10 *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) 19
   - 2.11 *Liquid Chromatography–Mass Spectrometry* (LC-MS) 21

3. MATERI DAN METODE PENELITIAN
   - 3.1 Materi Penelitian 23
     - 3.1.1 Bahan-Bahan Penelitian 23
     - 3.1.2 Peralatan Penelitian 24
   - 3.2 Metode Penelitian 24

3.3 Prosedur Penelitian 25
3.3.1 Pembuatan Teh *Sargassum cristaefolium* 25
3.3.2 Ekstraksi Teh *Sargassum cristaefolium* 26
3.3.3 Uji Total Padatan 27
3.3.4 Uji Kromatografi Lapis Tipis (Kualitatif) 27
3.3.5 Mikroenkapsulasi 28
3.3.6 Perlakuan pH 29
3.4 Parameter Uji 30

4. HASIL DAN PEMBAHASAN
4.1 Deteksi Senyawa Bioaktif Menggunakan KLT 31
4.2 Struktur Permukaan Mikrokapsul dengan Pengamatan SEM 32
4.3 Deteksi Senyawa Bioaktif Menggunakan Spektrofotometri *UV-Visible* ... 36
4.4 Deteksi Senyawa Bioaktif Menggunakan FT-IR dan LC-MS 37

5. KESIMPULAN DAN SARAN
5.1 Kesimpulan 41
5.2 Saran 41

Daftar Pustaka 42

Lampiran 45

DAFTAR TABEL

1. Bahan-bahan yang dapat digunakan sebagai kapsul untuk bioaktif pangan ... 13
2. Volume pembuatan buffer pH ... 29
3. Nilai Rf KLT ... 31
4. Absorbansi spektrofotometri UV-Vis dan kadar equivalen ... 36
5. Gugus fungsional pita serapan FT-IR ... 38
6. Massa ion dan dugaan pecahan molekul ... 40

DAFTAR GAMBAR

1. Struktur Flavonoid dan Beberapa Turunannya 7
2. Struktur Metanol dan Etanol 10
3. Replika Mikrokapsul dan Pelepasan Isi Kapsul 12
4. Diagram Sublimasi (Fase Air) 14
5. Struktur Kimia Kappa Karagenan 15
6. Struktur Kimia Maltodekstrin 16
7. Hasil KLT 31
8. Senyawa bioaktif dalam penyalut 33
9. Proses keluarnya senyawa inti dari kapsul 33
10. Struktur mikrokapsul ekstrak teh *S. cristaefolium* 35
11. Struktur Kappa Karagenan pada Kondisi Asam 36
12. Spektrum FT-IR mikrokapsul ekstrak kasar teh *S. cristaefolium* 37
13. Spektrum LC mikrokapsul ekstrak kasar teh *S. cristaefolium* 39
14. Spektrum MS mikrokapsul ekstrak kasar teh *S. cristaefolium* 39

DAFTAR LAMPIRAN

1. Prosedur Penelitian secara Umum 48
2. Proses Pembuatan Teh *S. cristaefolium* 49
3. Proses Ekstraksi Teh *S. cristaefolium* 50
4. Perhitungan Total Padatan 51
5. Proses Mikroenkapsulasi Teh *S. cristaefolium* 52
6. Perhitungan Larutan Stok untuk Buffer 53
7. Proses Perlakuan pH 54
8. Perhitungan Nilai Rf 56
9. Pengujian Panjang Gelombang Maksimum Kuersetin 57
10. Hasil Spektrofotometri UV-Vis 58
11. Kurva Standar Kuersetin 59
12. Perhitungan Kadar Equivalen 60
13. Hasil FT-IR 63
14. Hasil LC-MS 64

1. PENDAHULUAN

1.1 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 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).

1.2 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)?

1.3 Tujuan

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

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah sebagai berikut.

- Bagi pelajar/mahasiswa/peneliti: sebagai bahan penyempurna penelitian sebelumnya dan bahan acuan untuk penelitian selanjutnya.
- 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.

1.5 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.

2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Alga Coklat *Sargassum cristaefolium*

Warna hijau-emas atau warna kopi yang dimiliki banyak ganggang coklat berasal dari kombinasi klorofil dan pigmen lain yang menyerap sinar biru-hijau dari sinar matahari. *Sargassum* merupakan anggota genus alga coklat yang tumbuh mengapung bebas di lingkungan tropis, ada pula beberapa spesies lain yang menempel pada batu di sepanjang pantai. Jumlah spesies *Sargassum* kurang lebih 150 spesies. *Sargassum* juga disebut *gulfweed, rockweed* atau *seaholly*. Disebut *seaholly* karena bentuknya seperti daun holy yang pinggiran daunnya bergerigi mirip gergaji. Batangnya memiliki pelampung (*pneumatosyt*) yang berbentuk buah beri. Pelampung ini membantu tumbuhan tersebut untuk dapat mengapung (Nurmayati *et al*. 2006).

Sargassum cristaefolium menurut Guiry (2014) memiliki klasifikasi sebagai berikut.

Kingdom : Chromista
Filum : Ochrophyta
Kelas : Phaeophyceae
Subkelas : Fucophycidae
Ordo : Fucales
Famili : Sargassaceae
Genus : Sargassum
Spesies : *Sargassum cristraefolium* C. Agardh

Talus *Sargassum crassifolium* J. Agardh memiliki komposisi nutrisi sebagai berikut:(1) kadar protein sebesar 5,19% (b/b (2) kadar abu (mineral) sebesar 36,93% (b/b), dengan kadar unsur Ca: 1540,66 mg/100 g, P: 474,03 mg/100 g, dan Fe: 132,65 mg/100 g; (3) kadar vitamin A sebesar 489,55 µg RE/100 g dan vitamin C sebesar 49,01 mg/100 g; (4) kadar lemak sebesar 1,63% (b/b) serta (5) kadar alginat

sebesar 37,91% (b/b) (Handayani *et al*., 2004). Van *et al*. (2013) juga menjelaskan bahwa *Sargassum crassifolium* mengandung total fenol sebesar 3.0 ± 0.4 mgPGE/g dan total antioksidan sebesar 3,9 ± 0,7 mgAAE/g.

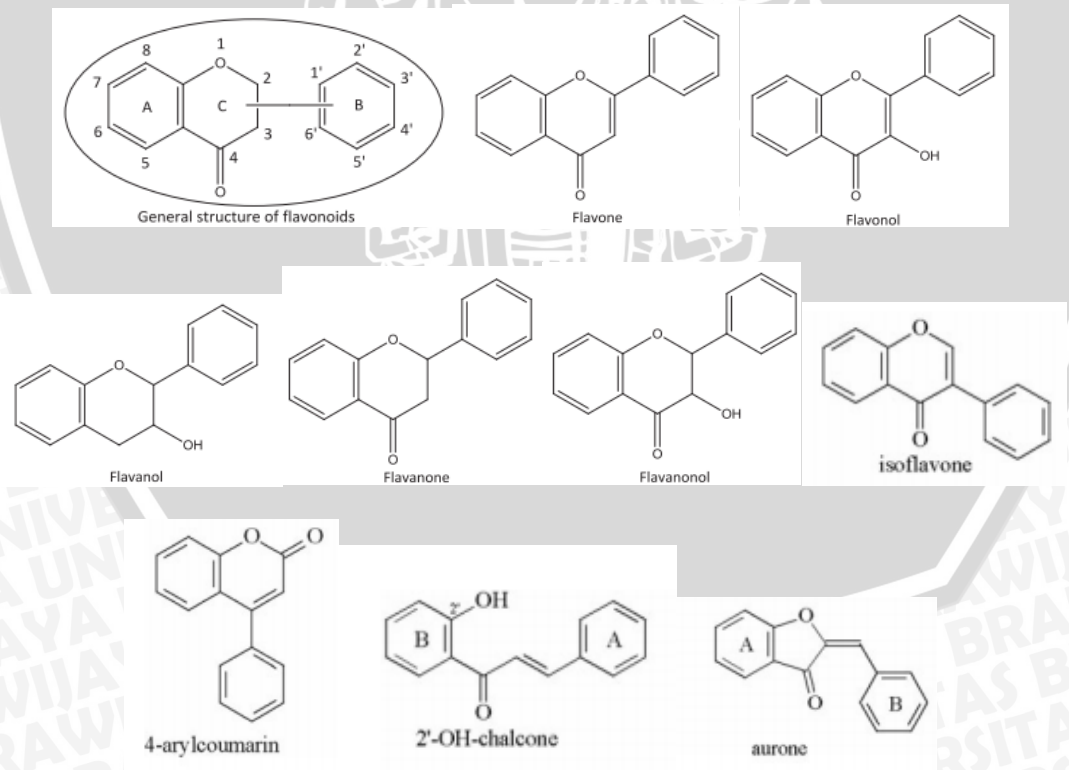
2.2 Senyawa Bioaktif

Senyawa di dalam makanan yang sebenarnya bukan merupakan zat gizi tetapi diyakini aktif secara fisiologis disebut senyawa bioaktif atau komponen bioaktif yang dapat berdampak positif maupun negatif bagi tubuh. Sebagian senyawa bioaktif tersebut mampu meningkatkan kesehatan dan mencegah atau mengurangi resiko penyakit. Faktor yang menentukan efek biologis zat bioaktif adalah karena adanya interaksi dari berbagai senyawa bioaktif dan interaksi antara senyawa bioaktif dengan zat gizi lain di dalam diet secara keseluruhan. Faktor lain yang juga turut menentukan adalah adanya interaksi antara zat gizi dan non-gizi dengan keadaan fisiologis, perilaku dan latar belakang genetik dari konsumen. Komponen bioaktif terdapat secara alami di dalam makanan terutama sayur-sayuran dan buah-buahan yang disebut fitokimia, atau dapat juga terbentuk selama proses pengolahan. Kebanyakan dari kelompok fitokimia berperan sebagai antioksidan alami (Silalahi, 2006).

Fitokimia dibagi mejadi 2 senyawa, yaitu senyawa primer dan sekunder. Klorofil, protein dan gula sederhana merupakan senyawa primer, sedangkan senyawa sekunder antara lain terpenoid, alkaloid dan senyawa fenol (Wadood *et al*., 2013). Senyawa fenol meliputi beragam senyawa dari tumbuhan yang mempunyai cincin aromatik dengan satu atau dua gugus hidroksil. Senyawa ini cenderung larut dalam air karena dapat berikatan dengan gula membentuk glikosida. Beberapa ribu senyawa fenol alam telah diketahui strukturnya. Fenol monosiklik sederhana,

fenilpropanoid dan kuinon fenolik terdapat dalam jumlah yang besar di alam, dan golongan senyawa fenol terbesar adalah flavonoid (Harborne, 1987).

Flavonoid merupakan kelompok fitokimia penting yang berkontribusi untuk mengurangi tingkat kematian (Heneman dan Cherr, 2008). Flavonoid (C_6-C_3-C_6) menurut Silva *et al.* (2016) terdapat sebagai derivat propanoid dengan 15 atom karbon dan 2 cincin benzena yang berikatan melalui cincin piran heterosiklik. Senyawa tersebut dapat dibagi menjadi beberapa kelas antara lain: flavon (misal apigenin), flavonol (misal quersetin), flavanol (misal katekin), flavanon (misal nutim), flavanonol (astilbin), isoflavon (misal glisitein), antosianin (misal sianidin), dan menurut Marais *et al.* (2006) ada neoflavonoid (misal 4-arilkumarin) dan minor flavonoid (misal khalkon dan auron). Struktur flavonoid dan turunannya dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Struktur flavonoid dan beberapa turunannya (Silva *et al*., 2016 dan Marais *et al.*, 2006)

2.3 Ekstraksi

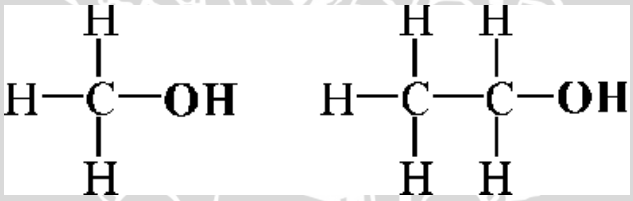
Ekstraksi adalah sebuah prosedur yang diperlukan dalam bidang pangan, farmasi dan bahan bakar terbarukan, yang dapat menghasilkan komponen-komponen yang diinginkan dengan menghilangkan komponen-komponen yang tidak diinginkan dari bahan alami yang diproses. Pada dasarnya. Ekstraksi dapat dikatagorikan menjadi 2 jenis, yaitu ekstraksi menggunakan pelarut tradisional dan ekstraksi menggunakan cairan superkritikal. Ekstraksi menggunakan pelarut tradisional adalah yang paling umum karena pelarut-pelarut kimia memiliki sensitivitas tinggi dan dapat melarutkan komposisi target. Pelarut tersebut berupa cairan dalam suhu kamar dan tekanan lingkungan, yang umum digunakan antara lain kloroform, methanol, heksan dan petroleum eter. Faktor-faktor untuk memilih pelarut ekstraksi antara lain berdasarkan tipe bahan yang diproses dan kandungan kimia target pada bahan tersebut, efisiensi dan selektivitas pelarut dimana senyawa fitokimia dapat terseleksi oleh pelarut tersebut termasuk di dalamnya adalah polaritas dan kondisi proses seperti suhu, faktor ekonomis dan keramahannya terhadap lingkungan, serta dapat maksimum melarutkan komposisi target. Prinsip ektraksi dengan menggunakan pelarut tradisional adalah pelarut organik kontak dengan bahan sehingga komposisi target secara kontinyu terekstrak menjadi fase organik karena efek permeabilitas pelarut. Kekurangan ektraksi dengan metode ini adalah kebanyakan pelarut organik dapat menyebabkan bahaya kesehatan dan/atau polusi lingkungan. (Li dan Makino, 2014).

Metode ekstraksi yang banyak digunakan berdasarkan rangkuman Silva *et. al.* (2016) dari beberapa penulis, antara lain sebagai berikut.

- *Soxhlet extraction*, metode ini berupa siklus dimana pelarut dapat digunakan kembali, tetapi membutuhkan waktu yang lama dan pelarut yang digunakan mahal.
- *Ultrasoned-assisted extraction* (UAE), menggunakan getaran ultrasonik, bergantung pada tipe pelarut, ukuran sampel, pH ekstrak, suhu dan tekanan, tapi prosesnya berlangsung cepat, simpel dan simultan.
- *Supercritical fluid extraction* (SFE), biasanya menggunakan karbon dioksida di bawah tekanan tinggi dan suhu rendah, memiliki selektivitas yang tinggi, volume pelarut dan sampel yang dibutuhkan sedikit dan cepat.
- *Accelerated solvent extraction* (ASE), ekstraksi pelarut dengan tekanan dan suhu tinggi.
- *Shake extraction*, menggunakan peralatan pengaduk sehingga meningkatkan permukaan dimana pelarut berinteraksi dengan sampel, sehingga lebih efektif dan dapat mempersingkat waktu.

Pelarut-pelarut dengan kualitas *food grade* yang umum digunakan untuk ekstraksi antara lain heksan, aseton, methanol, etanol, air atau pencampuran di antaranya. Pelarut-pelarut tersebut dapat dihilangkan menggunakan proses pemanasan dan vakum. Penggunaannya sesuai dengan tujuan senyawa yang diinginkan berdasarkan polaritasnya. Pelarut polar seperti methanol dan etanol dapat mengekstrak antioksidan seperti asam kafeat dan flavonoid dalam jumlah besar (Donald dan Keague, 2015). Etanol dan methanol merupakan pelarut yang sangat umum digunakan untuk ekstraksi senyawa fitokimia. Sekilas dua pelarut tersebut terlihat mirip, baik dari nama maupun beberapa ciri fisiknya seperti warna

dan baunya. Namun, menurut Kumar (2009) ada beberapa perbedaan penting di antara kedua pelarut tersebut. Etanol (CH_5OH) masih aman dikonsumsi dalam jumlah sedang, sedangkan methanol (CH_3OH) dapat menyebabkan kebutaan dan kematian meskipun dalam jumlah kecil. Jika bereaksi dengan air, etanol sangat mudah bercampur untuk membentuk larutan yang homogen, sedangkan methanol sangat mudah larut dengan memutuskan keberadaan air. Selain itu, menurut Sudarmadji (1986) etanol dan methanol juga sedikit berbeda dalam kepolarannya, dimana methanol sedikit lebih polar. Besarnya polaritas dari suatu zat pelarut mempunyai hubungan tegak lurus dengan besarnya konstanta dielektriknya (ε). Nilai konstanta dielektrik etanol adalah 24,60 dan methanol 33,40. Perbedaan struktur methanol dan etnol dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Struktur methanol dan etanol (Schaummer, 1998)

2.4 Teh

Teh merupakan bahan minuman yang dibuat dari pucuk muda daun teh yang telah mengalami proses proses pengolahan tertentu seperti pelayuan, penggilingan, oksidasi enzimatis dan pengeringan. Manfaat minum teh antara lain memberi rasa segar dan dapat memulihkan kesehatan badan. Khasiat yang dimiliki oleh minuman teh tersebut berasal dari kandungan senyawa kimia yang terdapat dalam daun teh. Kandungan senyawa kimia dalam daun teh dapat digolongkan menjadi 4 besar yaitu fenol, bukan fenol, aromatis dan enzim. Golongan fenol antara lain flavanol (katekin)

dan flavonol (kuersetin, kaemferol dan mirisetin). Golongan bukan fenol antara lain karbohidrat, pektin, alkaloid, protein dan asam-asam amino, klorofil dan zat warna lain, asam organik, vitamin dan mineral. Golongan senyawa aromatis antara lain linalool, linalool oksida, geraniol, benzil alkohol dan metil salisilat. Golongan enzim antara lain amylase, protease, oksimetilase dan oksidase (Towaha dan Balittri, 2013).

Terdapat beberapa jenis teh, antara lain teh hitam, teh oolong, teh hijau (*artisan tea*), teh putih dan teh kuning. Ada juga minuman yang disebut "teh", walaupun sebenarnya bukan berasal dari tumbuhan teh. Misalnya teh *peppermint*, teh rosella dan teh *Chamomile*. Disebut demikian karena sebelum dinikamti, minuman tersebut harus diseduh dulu seperti teh. Biasanya minuman ini merupakan campuran beberapa herbal. Minuman ini kerap disebut "teh herbal" atau *tisane* (Somantri dan Tanti, 2011).

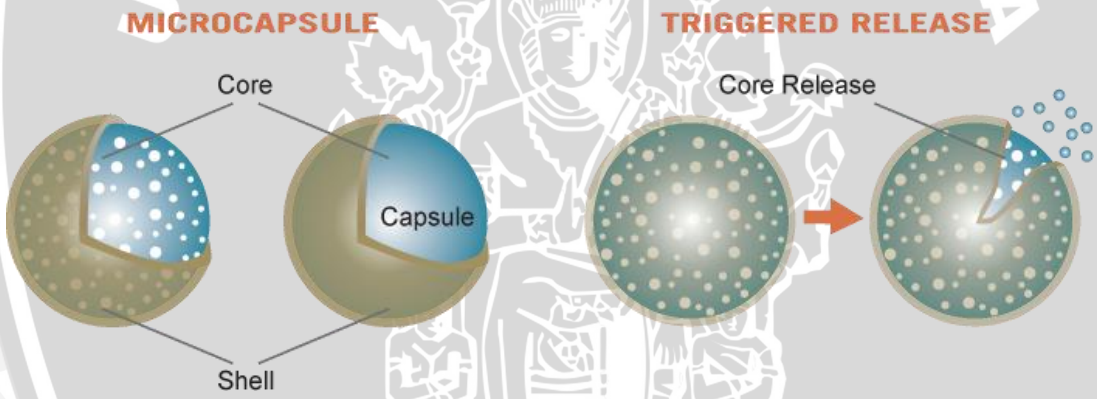
Di jepang, rumput laut dicuci dengan air laut secara menyeluruh, kemudian dipotong dan dikeringkan, produk ini disebut *sobushi kombu*. Kombu ini dapat digunakan sebagai teh yang disebut kombucha dengan menambahkan beberapa bahan tambahan (McHugh, 2003). Selain teh kombu, ada teh lain yang juga berasal dari rumput laut, yaitu teh *Corsican*. Teh *Corsican* berasal dari rumput laut Corsican yang bermanfaat untuk memberihkan cacing-cacing di usus (Monte, 1997).

2.5 Mikroenkapsulasi

Mikroenkapsulasi menurut Persatuan Ahli Gizi Indonesia (2009) merupakan proses untuk membuat partikel lembut dari suatu bahan padat atau cair yang dilapisi dengan pelapis pati, gelatin, asam poliakrilik atau pelapis lainnya. Hasil mikroenkapsulasi berupa mikrokapsul dengan ukuran 1-100 nanometer. Tujuannya

untuk melindungi zat gizi dari bahan reaktif, mengurangi toksisitas, oksidasi dan mengatur tingkat pelepasan.

Bahan yang dikapsul, kecuali *active agent*, disebut sebagai *core*/inti/isi/fase internal, sedangkan bahan yang mengkapsul disebut *coating*/membran/kulit/kapsul/ material pembawa/matriks/fase eksternal. Dengan adanya bahan pengkapsul tersebut, bahan bioaktif menjadi lebih stabil baik selama proses (seperti oksidasi atau hidrolisis) maupun penyimpanan dan untuk mencegah interaksi yang tidak diinginkan. Perlindungan tersebut berlangsung sampai produk yang dienkapsulasi sampai pada bagian yang diinginkan sehingga kemudian kapsul akan terbuka dan melepaskan isinya seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3 (Nedovic *et al.*, 2011).



Gambar 3. Replika mikrokapsul dan pelepasan isi kapsul (Glatfelter, 2011)

Bahan untuk kapsul harus memiliki beberapa sifat diantaranya permeabilitas dan resistensi terhadap beberapa kondisi seperti pemanasan, pH, pencahayaan, enzim dan bahan lainnya selama proses serta saat berada di saluran pencernaan didesain untuk bisa melepaskan senyawa bioaktif yang dikapsulnya. Bahan tersebut juga harus *food-grade*, *biodegradable* dan mampu membentuk penghalang antara fase internal dengan sekitarnya (Aguilera dan Lillford, 2008). Bahan-bahan yang dapat digunakan sebagai kapsul untuk bioaktif pangan disajikan dalam Tabel 1.

Tabel 1. Bahan-bahan yang dapat digunakan sebagai kapsul untuk bioaktif pangan

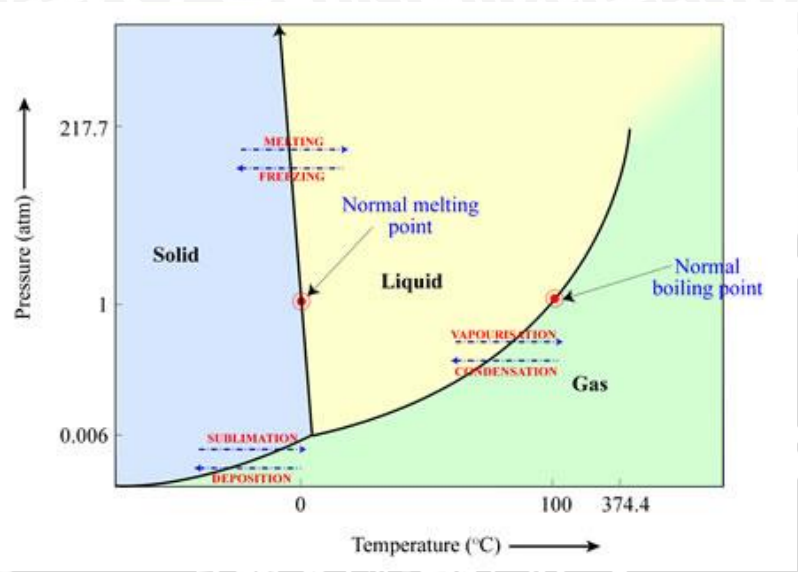
Protein	Karbohidrat	Lipid
Protein susu – kasein dan whey Protein kedelai Protein gandum Protein telur Hidrolisat protein	Gula – fruktosa, galaktosa, glukosa, maltose, oligosakarida, sirup jagung padat dan sirup glukosa kering Pati dan produknya – maltodekstrin, dekstrin, dan pati termodifikasi Gum – agar, alginate, karagenan, gum akasia, gum arab dan pectin Karboksimetil selulosa Kitosan Siklodekstrin	Lemak dan minyak Lemak terfraksinasi Mono- dan digliserida Fosfolipid Glikolipid *Wax*

Sumber: Aguilera dan Lillford, 2008

Teknologi untuk enkapsulasi bahan aktif dapat diklasfikasikan menjadi dua, yaitu proses mekanik (emulsifikasi, *spray-drying*, *freeze-drying*, *fluidized-bed coting,* ekstrusi sentrifugal, *spinning disk*, ekstrusi bertekanan dan *hot-melt extrusion*) dan kimia (gelatinisasi ion, *complex coacervation*, evaporasi pelarut, *liposome entrapment* dan *cyclodextrin complexation*) (Silva *et al*., 2016). *Freeze-drying* menurut Mujumdar *et al*. (2016) terjadi karena adanya proses sublimasi pelarut yang umumnya adalah air di dalam produk beku pada kondisi suhu rendah. Terdapat 3 langkah dalam pengoprasiannya, yaitu sebagai berikut.

a. Pembekuan, di mana suhu proses diturunkan sampai di bawah titik leleh pelarut (umumnya air bebas) pada bahan, sehingga pelarut menjadi beku dan padat (tapi air terikat masih dalam bentuk cair).
b. Pengeringan I, di mana tekanan dikurangi sampai tercapaik kondisi vakum, sehingga bentuk padatan dari pelarut mengalami sublimasi sehingga semua air bebas menguap. Sublimasi dapat terjadi jika suhu dan tekanan ruang sangat rendah yaitu di bawah *triple point* terletak pada suhu 0,01°C dan tekanan 0,61 kPa, proses pengeringan beku harus dilakukan pada kondisi di bawah suhu dan tekanan tersebut. Tekanan kerja yang umum digunakan adalah 60-600 Pa. diagram sublimasi dapat dilihat pada Gambar 4.

c. Pengeringan II, bertujuan untuk menghilangkan air terikat dengan pemanasan di bawah kondisi vakum.



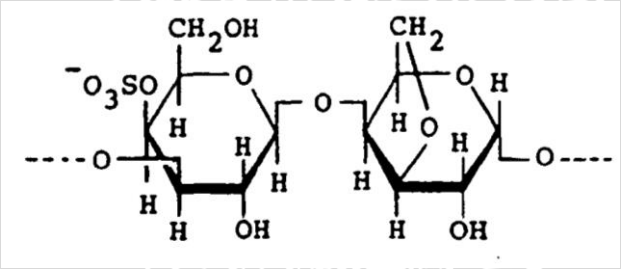
Gambar 4. Diagram sublimasi (fase air) (Cosmos, 2016)

2.6 Kappa Karagenan (SRC)

Karagenan merupakan hidrokoloid yang mengandung natrium, kalium, magnesium, kalsium dan ester ammonium sulfat dari galaktosa dan kopolimer 3,6 anhidrogalaktosa yang dihibungkan dengan ikatan α-1,3 dan β-1,4, diekstrak dari rumput laut kelas Rhodophyceae (rumput laut merah) menggunakan air atau larutan basa. Berdasarkan subtitiuen sulfatnya pada setiap monomer maka karagenan dapat dibedakan dalam beberapa tipe yaitu kappa, iota, lambda, mu, nu dan xi-karagenan dengan tipe yang paling umum adalah kappa, iota dan lambda. Kappa karagenan dengan polimer D-galaktosa-4-sulfate dan 3,6-anhidro-D-galaktosa; iota karagenan hampir mirip dengan kappa, kecuali 3,6-anhidrogalaktosa adalah sulfat pada karbon; sedangkan lambda karagenan memiliki unit monomer D-galaktosa-2-

sulfat (ikatan 1,3) dan D-galaktosa-2,6-disulfat (ikatan 1,4) (Committee on Codex Spesificatios, 1981).

Kappa merupakan salah satu tipe karagenan dengan jumlah terbanyak (60% terdapat pada *Chondrus crispus* dan sisa terbanyak terdapat pada *Eucheuma cottoni*) yang dapat rusak karena larutan asam, sehingga selama proses tidak boleh berada pada kondisi asam. Akan tetapi, setelah gel terbentuk, kappa karagenan menjadi sangat resisten terhadap degradasi. Gel yang kuat terbentuk dalam larutan yang mengandung garam natrium, sedangkan gelnya tidak larut dalam susu dan larutan garam, tetapi agak larut dalam larutan gula panas (Ensminger *et al*., 1994). Karagenan memiliki konstanta dielektrik sebesar 2,951 (Rao *et al*., 2014). Struktur kimia kappa karagenan dapat dilihat pada Gambar 5.



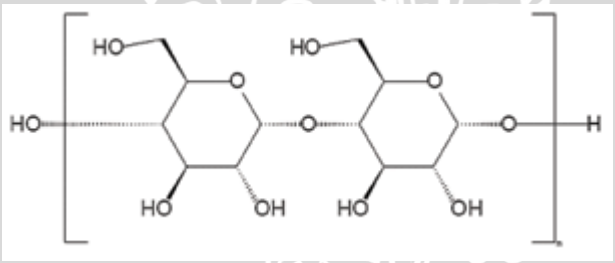
Gambar 5. Struktur kimia kappa karagenan (Yamada *et al*., 2005)

SRC merupakan produk hasil ekstraksi terhadap rumput laut karaginofit. Dalam proses pengolahan SRC, rumput laut diekstrak dengan cara dipanaskan pada suhu 90-95°C. Hasil ekstraksi kemudian disaring untuk memisahkan sebagian besar selulosa. Hasil saringan kemudian dijendalkan menggunakan KCl. Produk akhir dari proses ini berupa tepung SRC dengan ukuran sekitar 100 mesh, berwarna putih atau sedikit kekuningan/krem, tidak berbau, tidak berasa. Kadar air sekitar 8-12% kadar abu 18-23% dan *gel strength* di atas 550 (Sediadi dan Utomo, 2011). Setijawati *et al.* (2011) menambahkan bahwa salah satu sifat fisik yang penting pada

SRC adalah kekuatan untuk membentuk gel yang disebut sebagai kekuatan gel. Sifat inilah yang berhubungan dengan kemampuannya sebagai bahan penyalut.

2.7 Maltodekstrin

Maltodekstrin merupakan hidrolisat pati yang mengandung unit α-D- glukosa dengan ikatan primer 1,4 glikosidik dan nilai DE (*Dextrose Equivalent*) kurang dari 20 serta rata-rata panjang rantai 5-10 unit glukosa dengan rumus kimia secara umum adalah $[(C_6H_{10}O_5)_nH_2O]$. Karena strukturnya, maltodekstrin dapat menyerap air sehingga dapat membentuk gel (Kennedy *et al*., 1995) serta dapat berperan sebagai bulking agent, mampu membentuk film dan melindungi senyawa aktif. Gel maltodekstrin terbentuk karena adanya interaksi antara amilosa terlarut dengan rantai cabang dan linier molekul amilopektin (Chronakis, 2014). Maltodekstrin memiliki konstanta dielektrik sebesar 2,42 (Sahin dan Sumnu, 2006). Struktur maltodekstrin dapat dilihat pada Gambar 6.



Gambar 6. Struktur kimia maltodekstrin (Carareto *et al.*, 2016)

Maltodekstrin diproduksi dari hidrolisis enzim dan/atau hidrolisis asam pada pati (Lambri *et al*., 2014). Sama seperti pati, maltodekstrin mengandung amilosa dan amilopektin pada rasio yang berbeda. Amilosa disusun oleh ikatan α (1→4) glukosa, sedangkan amilopektin memiliki unit α (1→6) glukosa yang berikatan linier dengan α (1→4) glukosidik tiap 24-30 unit glukosa. Maltodekstrin dapat digunakan sebagai

bahan *coating* yang baik karena viskositasnya yang rendah pada kandungan padatan yang tinggi dan memiliki solubilitas yang baik pada air (Parikh *et al*., 2014).

2.8 Spektrofotometri Ultra Violet dan Tampak (UV-Visible)

Kebanyakan molekul organik dan gugus fungsional bersifat transparan ketika berada pada porsi spektrum elektromagnetik yang disebut ultraviolet tampak, dimana rentang panjang gelombang antara 190-800 nm. Ketika terdapat radiasi yang melewati bahan transparan tersebut, maka radiasi akan terabsorbsi, sedangkan apabila ada radiasi yang tidak terabsobsi maka radiasi tersebut akan melewati prisma dan hasil spektrum yang tertangkap di dalamnya disebut spekturm absorbansi (Pavia *et al.,* 1996).

Spektrofotometri uv-vis digunakan untuk analisis kuanlitatif dan kuantitatif. Analisis kualitatif didasarkan pada panjang gelombang maksimum, karena setiap senyawa yang mengandung gugus kromofor dan berwarna mempunyai panjang gelombang yang spesifik. Hal yang perlu diperhatikan sebelum analisis menggunakan spektrofotometri uv-vis adalah persiapan sampel terutama dalam memilih pelarut dan proses pengenceran (Ibrahim dan Sitorus, 2013).

Komponen-komponen peralatan spektrofotometri uv-vis menurut Ibrahim dan Sitorus (2013) secara garis besar dijelaskan sebagai berikut.

a. Sumber cahaya

   Secara umum radiasi yang dihasilkan oleh material berupa sumber listrik bertegangan tinggi. Tegangan listrik akan menyebabkan eksitasi elektron pada benda, ketika elektron kembali ke tingkat yang lebih rendah maka akan membebaskan radiasi berupa emisi sejumlah energy tertentu, energy tersebutlah yang digunakan sebagai sumber radiasi. Sebagai sumber radiasi

UV digunakan lampu Hidrogen (H) atau lampu Deutirium (D). gas Hidrogen atau Deutrium diisi ke bola lampu yang dilengkapi dengan elektroda dan bila diberi tegangan listrik akan mengeksitasi elektron, sehingga menghasilkan emisi cahaya sebagai sumber tenaga radiasi.

b. Monokromator

Berupa bahan optik berbentuk prisma yang berfungsi untuk mengurai sinar polikromatis (banyak panjang gelombang) yang dihasilkan oleh berbagai sumber radiasi menjadi monokromatis sesuai yang diinginkan.

c. Tempat sampel

Tempat sampel disebut kuvet, dengan syarat terbuat dari bahan yang tidak menyerap sinar yang dilewatkan sebagai sumber radiasi serta tidak bereaksi dengan sampel dan pelarut.

d. Detektor

Berfungsi mengubah tenaga listrik yang dicatat secara kuantitatif, biasanya terintegrasi dengan pencatat (printer).

2.9 *Scanning Elektron Microscopy* (SEM)

Scanning Elektron Microscope merupakan suatu mikroskop dalam proses yang menggambarkan suatu objek dengan bantuan sumber elektron ditembakkan dengan mmenyapu daerah seluruh permukaan sampel yang mempunyai konduktvitas tinggi sehingga membentuk gambar 3 dimensi yang berasal dari katoda filamen dan mempunyai perbesaran lebih hingga jutaan kali dari mikroskop optik. Tidak hanya itu, SEM juga merupakan alat multi fungsi yang tidak hanya menyajikan data-data kualitatif tetapi juga data kuantitatif seperti mengetahui komposisi unsur-unsur material dengan adanya pancaran elektron berupa sinar X dan banyaknya

jumlah unsur-unsur tersebut dideteksi menggunakan *Energy Dispersive Spectrometer* (ESD) yang dapat mendeteksi unsur-unsur dari boron hingga uranium (Priyotomo, 2005).

SEM terdiri dari sebuah senapan elektron yang memproduksi berkas elektron pada tegangan dipercepat sebesar 2 – 30 kV. Berkas elektron tersebut dilewatkan pada beberapa lensa elektromagnetik untuk menghasilkan *image* berukuran ± 10 nm pada sampel yang ditampilkan dalam bentuk film fotografi atau ke dalam tabung layar. SEM sangat cocok digunakan dalam situasi yang membutuhkan pengamatan permukaan kasar dengan pembesaran berkisar antara 20 kali sampai 500.000 kali (Anggraeni, 2008).

2.10 *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR)

Setiap tipe ikatan secara alami memiliki frekuensi getaran yang berbeda, oleh karena itu tidak ada 2 molekul dengan struktur yang berbeda memiliki pola absorpsi infrared (spektrum infrared) yang sama. Instrument yang digunakan untuk menentukan spektrum infrared dari suatu senyawa adalah infrared spectrometer/spektrofotometer, dengan 2 tipe yaitu *dispersive* dan *fourier transform* (FT). FT memiliki kemampuan penentuan lebih cepat daripada *dispersive* (Pavia *et al.,* 1996).

Sinar IR mempunyai panjang gelombang yang lebih panjang dibandingkan dengan UV-VIS, sehingga energinya lebih rendah dengan bilangan gelombang antara 600-4000 cm^{-1} atau sekitar $1{,}7x10^{-3}$ sampai $2{,}5x10^{-4}$ cm. Meskipun energi getarannya spesifik, tetapi pada umumnya FT-IR lebih diperuntukkan untuk menentukan adanya gugus-gugus fungsional suatu molekul. FT-IR juga dapat digunakan untuk merunut apakah suatu reaksi senyawa organik disebabkan oleh

transformasi gugus fungsional, juga untuk skrining gugus fungsional senyawa hasil ekstrak bahan alam. Penganalisaannya dilakukan dari kiri ke kanan atau dari bilangan gelombang besar ke kecil. Serapan suatu gugus fungsional yang biasanya tidaklah tungga melainkan dapat berupa interval bilangan gelombang (Ibrahim dan Sitorus, 2013).

Untuk memudahkan interpretasi spektrum IR menurut Nur (1989) dilakukan dengan memeriksa adanya puncak absorpsi dari gugus fungsional seperti C=O, O-H N-H, C-O, C=C dan NO_2 dengan melakukan tahap-tahap berikut ini.

- Tahap 1, bila puncak absorpsi pada kisaran 1600-1820 cm^{-1} merupakan gugus karbonil (C=O).
- Tahap 2, bila ada gugus C=O, maka diperiksa jenisnya, gugus asam karboksilat (COOH) pada frekuensi 3400-2400 cm^{-1} (intensitas sedang), gugus amida (NH) pada frekuensi 3500 cm^{-1} (intensitas sedang), gugus ester (COOR) pada frekuensi 1300-1000 cm^{-1} (tajam), gugus aldehida (COH) pada frekuensi 2850 dan 2750 cm^{-1} (intensitas lemah), gugus anhidrid pada frekuensi 1810 dan 1710 cm^{-1} (tajam) dan terakhir gugus keton jika bukan semua jenis yang disebutkan sebelumnya.
- Tahap 3, jika C=O tidak ada, maka diperiksa adanya gugus alkohol (OH) pada frekuensi 3600-3300 cm^{-1} (intensitas sedang) dengan diperkuat adanya gugus C-O pada frekuensi 1300-1000, gugus amida (NH) pada frekuensi 3500 cm^{-1} (intensitas sedang) dan gugus eter (ROR) pada frekuensi 1300-1000 (tajam dan tidak ada gugus OH).
- Tahap 4, ikatan rangkap 2, mula-mula dengan memeriksa gugus fungsional alkena (C=C) pada frekuensi 1600-1680 cm^{-1} (intensitas sedang lemah)

kemudian gugus aromatik (C=C) pada frekuensi 1475-1650 cm^{-1} (intensitas sedang lemah).

- Tahap 5, ikatan rangkap 3, dengan memeriksa gugus nitril (C=N) pada frekuensi 2240-2260 cm^{-1} (intensitas sedang tajam) dan gugus alkuna (C=C) pada frekuensi 2100-2250 cm^{-1} (intensias lemah tajam).
- Tahap 6, memeriksa adanya gugus nitro (RNO_2) mempunyai 2 puncak absorpsi tajam yaitu pada frekuensi 1500-1600 dan 1300-1390 cm^{-1}.
- Tahap 7, bila tidak ada semua gugus fungsional di atas, maka diperiksa adanya gugus hidrokarbon dengan puncak absorpsi pada frekuensi sekitar 3000 cm^{-1}.

2.11 *Liquid Chromatography–Mass Spectrometry* (LC-MS)

Spektrokopi massa menurut Ibrahim dan Sitorus (2013) memberikan informasi harga berat molekul (g/mol) dan bagaimana pola pemecahannya (fragmentasi) dari suatu molekul organik. Rekonstruksi terhadap fragmen dipadu dengan interpretasi data FT-IR dan NMR akan dapat mengelusidasi struktur molekul organik yang belum diketahui. Molekul organik ditembaki dengan elektron sehingga molekul melepaskan sebuah elektron dan membentuk ion positif radikal yang disebut sebagai ion induk atau ion molekuler dengan notasi ($M.^+$). Selanjutnya ion molekuler akan pecah menjadi ion-ion anak yang lebih kecil dan sterusnya. Penulisan ion anak yang umum menggunakan huruf kecil (m) untuk membedakan dengan ion molekuler. Ada 2 kemungkinan jenis pemecahan ion molekuler, yaitu ion positif dan suatu radikal atau ion positif dengan suatu molekul netral. Selanjutnya anak-anak ion dapat mengalami pemecahan lagi menjadi fragmen yang lebih kecil. Walaupun secara teoritis suatu molekul organik dapat pecah hingga menjadi

fragmen yang paling kecil (atom) namun pada prakteknya hal itu tidak pernah terjad dan dengan spektrokopi massa hanya diinterpretasi fragmen-fragmen yang umum terjadi pada suatu molekul organik yang mempunyai pola yang spesifik sesuai dengan gugus fungsionalnya (Ibrahim dan Sitorus, 2013).

Biasanya energi elektron yang digunakan pada spektroskopi massa adalah 70 eV yaitu sekitar 6.750 kJ/ml. Energi sebesar itu tidak hanya dapat melepaskan elektron dari molekul untuk menghasilkan ion molekuler tapi juga memiliki kelebihan energi sehingga mampu memutuskan ikatan kovalen. Energi ikatan kovalen berkisar antara 200-500 kJ/mol. Hal inilah yang menyebabkan kebanyakan ion molekuler akan mengalami fragmentasi. Puncak tertinggi pada spektrum massa disebut puncak dasar dinyatakan dengan intensitas 100%. Intensitas dari puncak-puncak lainnya diberi nilai persen dari puncak dasar tersebut. Puncak dasar tidak selalu menunjukkan ion molekuler. Hal ini terjadi karena fragmentasi ion molekuler begitu cepat sehingga ion dengan m/e lebih kecil menjadi puncak dasarnya atau adakalanya juga puncak ion molekuler begitu kecil sehingga tidak terlihat. Mengenal ion molekuler ini sangat penting karena ion molekuler menunjukkan bobot molekul dari suatu senyawa (Nur, 1989).

3. MATERI DAN METODE PENELITIAN

3.1 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.

3.3.1 Bahan-bahan Penelitian

Bahan-bahan penelitian meliputi bahan utama, bahan-bahan pembuatan teh, bahan-bahan ekstraksi, bahan-bahan mikroenkapsulasi, bahan-bahan perlakuan pH dan bahan-bahan pendukung. Bahan utama untuk pembuatan teh berupa rumput laut coklat *Sargassum cristaefolium* diperoleh dari Pantai Ponjuk Pulau Talango Kabupaten Sumenep Madura. 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 (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.

3.3.2 Peralatan Penelitian

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi peralatan pembuatan teh, peralatan ekstraksi, peralatan uji total padatan, peralatan mikroenkapsulasi, peralatan perlakuan pH dan peralatan uji. 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*.

3.2 Metode Penelitian

Metode yang digunakan dalam penelitian ini merupakan metode eksploratif-deskriptif (tanpa hipotesis). Menurut Ritonga (2005), penelitian eksploratif bertujuan mendapatkan data dasar untuk penelitian lebih lanjut, sehingga metode ini tidak memerlukan hipotesis penelitian. Penelitian eksploratif juga berifat deskriptif.

Metode deskriptif adalah metode yang bukan saja memberikan gambaran mengenai fenomena-fenomena, tetapi juga menerangkan hubungannya, membuat

prediksi, serta menyimpulkan makna atas persoalan yang dibahas. Data yang disimpulkan bisa berupa kepustakaan yang bersumber dari laporan resmi pemerintah, laporan penelitian lembaga independen atau perguruan tinggi atau individu dan media massa (Sumodiningrat, 2007).

Metode eksploratif-deskriptif pada penelitian ini dilakukan untuk mendapatkan kesimpulan dugaan senyawa bioaktif dari mikokapsul ekstrak teh *Sargassum cristaefolium* tersalut maltodekstrin:kappa karagenan (SRC) dengan data yang diperoleh dari pengujian SEM, KLT, spektrofotometri UV-Vis, FTIR dan LC-MS dengan penjabaran alasan melalui beberapa studi kepustakaan.

3.3 Prosedur Penelitian

Prosedur penelitian meliputi pembuatan teh *Sargassum cristaefolium*, ekstraksi, mikroenkapsulasi, dan perlakuan pH serta analisis uji dengan prosedur penelitian secara umum dapat dilihat pada Lampiran 1.

3.3.1 Pembuatan Teh *Sargassum cristaefolium* (Yuan *et al.,* 2015, Masduqi *et al.,* 2014 serta Sediadi dan Utomo, 2011 yang telah dimodifikasi)

Rumput laut *S. cristaefolium* dicuci untuk menghilangkan kotorannya, kemudian diambil daun dan batang mudanya saja karena diduga senyawa yang diinginkan banyak terkonsentrasi pada bagian tersebut. 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 untuk pemucatan dan pengurangan bau. Selanjutnya, rumput laut direndam dengan air bersih selama 24 jam untuk menghilangkan sisa kapur 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^{o}C selama sekitar 15 jam. Perlakuan pengeringan ini dengan alasan agar didapatkan teh *S. cristaefolium* kering tanpa merusak senyawa bioaktif yang dikandungnya. Pada akhir proses ini didapatkan sampel kering. Proses pembuatan teh *S. cristaefolium* dapat dilihat pada Lampiran 2.

3.3.2 Ekstraksi Teh *Sargassum cristaefolium* (Metode Anaelle *et al*., 2013; Ambika dan Sujatha, 2015; Septiana dan Asnani, 2012; serta Devi *et al.*, 2012 yang telah dimodifikasi)

Sampel kering *S. cristaefolium* dihaluskan menggunakan *blander*, kemudian diayak menggunakan ayakan 60 mesh untuk memperluas permukaannya. Selanjutnya, sampel halus 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^{o}C selama ±3 jam dalam suasana gelap. Perlakuan tersebut merupakan proses inti ekstraksi, penggunaan suhu dan pengadukan bertujuan untuk memaksimalkan ekstraksi, sedangkan perlakuan suasana gelap karena diduga senyawa bioaktif dalam sampel bersifat sensitif terhadap cahaya.

Setelah ±3 jam, larutan kemudian dimasukkan dalam cuvet untuk disentrifugasi dengan kecepatan 4000 rpm selama 10 menit. Tujuan sentrifugasi adalah untuk memisahkan residu dan supernatant agar mempermudah proses penyaringan. Selanjutnya supernatant disaring dengan kertas saring *Whatmann* nomor 1, kemudian dipekatkan dengan *rotary evaporator* pada suhu 40^{o}C selama 45 rpm, sehingga pada akhir proses ini didapatkan ekstrak pekat. Proses ekstraksi teh *S. cristaefolium* dapat dilihat pada Lampiran 3.

3.3.3 Uji Total Padatan (SNI 06-6989.26, 2005 yang telah dimodifikasi)

Uji total padatan ini dilakukan untuk menentukan volume yang ditambahkan pada larutan penyalut (formulasi mikrokapsul). Sebelum dilakukan uji, terlebih dahulu dilakukan preparasi botol timbang, di mana botol timbang dengan tutup setengah tertutup dioven dengan suhu 105^{o}C selama 1 jam. Setelah 1 jam, botol timbang dimasukkan desikator selama 15 menit/sampai dingin kemudian ditimbang beratnya. Proses tersebut diulang sampai diperoleh berat botol timbang konstan (A).

Untuk pengujian, ekstrak pekat yang dihasilkan dari evaporasi dikocok agar persebaran padatan merata, 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^{o}C selama 1 jam, lalu 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.

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

3.3.4 Uji Kromatografi Lapis Tipis (Kualitatif) (Maobe *et al.,* 2012)

Uji KLT bertujuan untuk mengetahui secara kualitatif senyawa apa yang terkandung dalam sampel. 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 untuk memastikan sampel diserap oleh plat. 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.

3.3.5 Mikroenkapsulasi (Fernandez *et al*., 2014; Laokuldilok *et al*., 2016; dan Saikia *et al*., 2015 yang telah dimodifikasi)

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^{o}C sampai larut. Penggunaan suhu disebabkan kappa karragenan hanya dapat larut pada suhu air hangat. 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 dengan perhitungan pada Lampiran 4. Selanjutnya dihomogenkan dengan *magnetic stirrer* kecepatan penuh selama ±5 menit. Setelah itu, larutan dikeringkan dengan *freeze dryer* pada suhu -70,8^{o}C selama 36 jam, sehingga pada akhir proses ini didapatkan mikrokapsul ekstrak teh *Sargassum cristaefolium*.

3.3.6 Perlakuan pH (Gad, 2008 dan Desai *et al.,* 2008 yang telah dimodifikasi)

Untuk perlakuan pH tahap awal yang dilakukan adalah membuat stok larutan. 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 (perhitungan pada Lampiran 5) 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 (perhitungan pada Lampiran 5) 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 ditunjukkan pada Tabel 2 berikut (untuk tiap larutan buffer volume akhir 20 ml).

Tabel 2. Volume pembuatan buffer pH

pH	Volume (ml)	
	dinatrium fosfat 0,2 M	asam sitrat monohidrat 0,1 M
3	4,08	15,92
6	12,84	7,16
8	19,53	0,47

Sumber: Desai *et al*. (2014)

Setelah larutan buffer siap, kemudian sampel mikrokapsul ditimbang, untuk masing-masing buffer 3 gram sampel. Sampel kemudian dibiarkan terendam sampai

±5 jam. Setelah 5 jam, kemudian disaring untuk memisahkan residu dan filtrat. Residu kemudian dikeringkan dengan dibiarkan pada suhu ruang. Proses perlakuan pH dapat dilihat pada Lampiran 6. Setelah residu kering, didapatkan sampel yang siap untuk diuji SEM, spektrofotometri UV-Vis, FT-IR dan LC-MS.

3.4 Parameter Uji

Parameter yang digunakan dalam penelitian ini antara lain nilai Rf sampel dari hasil uji KLT untuk pendeteksian senyawa secara kualitatif, struktur permukaan mikrokapsul dari hasil pengamatan SEM untuk mengetahui kondisi penyalut seletah perlakuan pH yang berbeda, absorbansi spektrofotometri UV-Vis untuk mengetahui senyawa pada sampel setelah perlakuan pH secara kualitatif dan kuantitatif, spectra FT-IR untuk mengetahui gugus fungsional yang dimiliki oleh senyawa dan spektra hasil LCMS untuk melengkapi pelacakan struktur senyawa yang diduga terkandung dalam sampel.

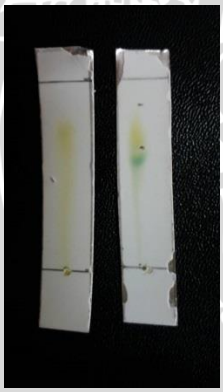
4. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Deteksi Senyawa Bioaktif (Kualitatif) Menggunakan KLT

Seperti yang telah dijelaskan pada latar belakang bahwa batang dan daun rumput laut *S. cristaefolium* menurut Hapsari (2015), baik dalam kondisi segar, kering maupun teh positif mengandung senyawa flavonoid. Untuk menguatkan data tersebut diuji kembali dengan metode kualitatif KLT dimana nilai Rf sampel dibandingkan dengan Rf standar senyawa dugaan yang dalam hal ini adalah flavonoid sehingga menggunakan kuersetin sebagai standar (Perhitungan nilai Rf dapat dilihat pada Lampiran 7). Hasil KLT dapat dilihat pada Tabel 3 dan Gambar 7.

Tabel 3. Nilai Rf KLT

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



Gambar 7. Hasil KLT

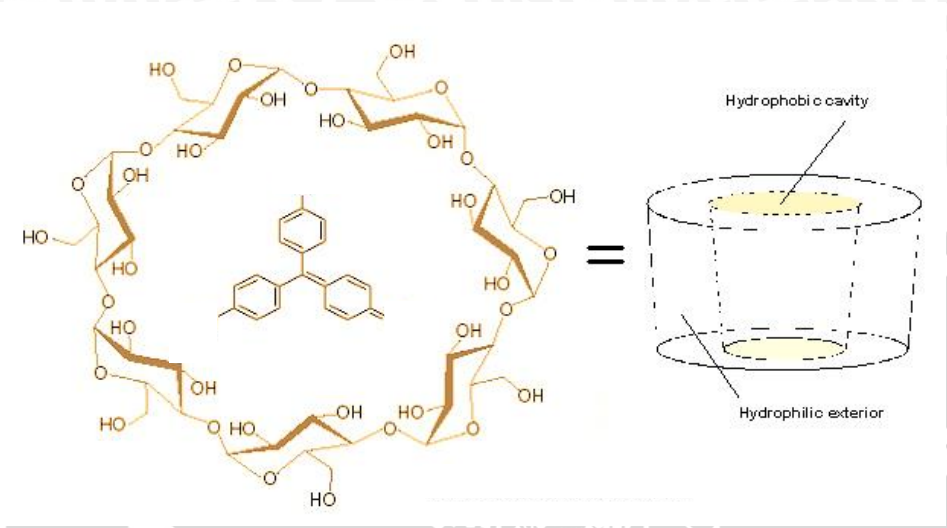
Berdasarkan hasil KLT yang ditunjukkan Tabel 3, nilai Rf sampel ekstrak kasar *S. cristaefolium* sama dengan nilai Rf kuersetin. Oleh karena itu, sampel positif mengandung senyawa flavonoid.

4.2 Struktur Permukaan Mikrokapsul dengan Pengamatan SEM

Seperti yang telah dipaparkan pada latar belakang, senyawa bioaktif memiliki sifat-sifat negatif seperti cepat mengalami oksidasi, warna yang tidak menarik dan/atau memiliki aroma yang tidak diinginkan sehingga dilakukan mikroenkapsulasi yang dalam hal ini menggunakan bahan penyalut berupa maltodekstrin:kappa karagenan. Mikroenkapsulasi dilakukan dengan melarutkan senyawa aktif dalam larutan penyalut tersebut. Bahan-bahan tersebut dapat digunakan sebagai penyalut karena sifatnya membenuk gel.

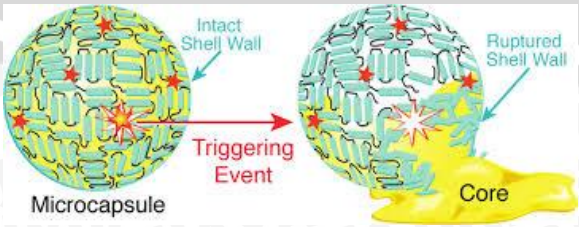
Gel maltodekstrin merupakan hasil dari sistem interaksi 2 fase antara molekul amilosa dan rantai amilopektin (Kearsley dan Dziedzic, 1995). Proses gelasi terjadi sejak sampel didinginkan dengan terbetuknya dobel heliks dari amilosa yang menyebabkan terbentuknya gel maltodekstrin. Dobel heliks berinteraksi dengan rantai amilopektin di bagian luarnya yang dihubungkan dengan ikatan hidrat. Amilosa disusun dalam bentuk heliks dimana bagian permukaan luarnya memiliki sifat hidrofilik (karena gugus hidroksil) dan permukaan dalamnya bersifat hidrofobik (karena atom hydrogen) (Loret dan Frith, 2003). Namun permasalahan terbesarnya adalah bahan penyalut tersebut memiliki sifat emulsi yang rendah sehingga dibutuhkan bahan biopolymer aktif lainnya untuk dikombinasikan dengan maltodekstrin, salah satunya adalah karagenan (Dewi *et al*., 2016). Sama seperti maltodekstrin, gel yang terbetuk pada kappa karagenan juga karena terbentuknya dobel heliks dari gugus sulfat dan hidroksil pada unit D-galaktosa yang bersifat hidrofilik serta unit 3,6-anhidro-D-galaktosa yang bersifat hidrofobik (Towle, 1973). Sifat gel dari penyalut tersebut mampu memerangkap senyawa bioaktif di dalamnya sehingga dapat terlindungi seperti pada Gambar 8. Diduga diantara kedua bahan

penyalut, maltodekstrin lebih berperan karena memiliki nilai konstanta dielektrik lebih kecil.



Gambar 8. Senyawa bioaktif dalam penyalut (Nelson, 2011)

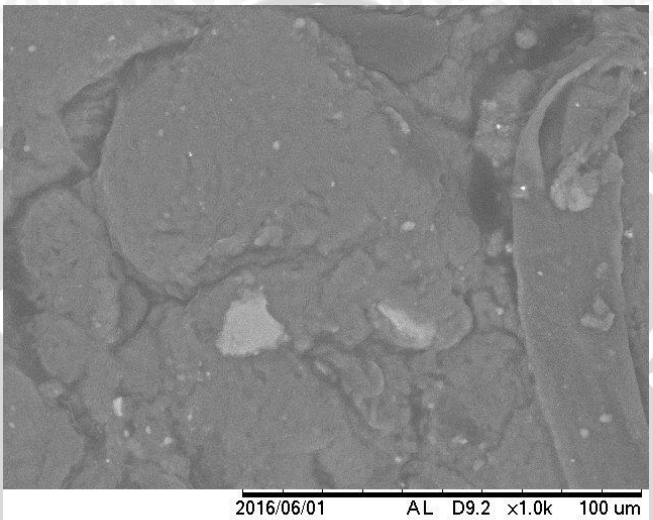
Senyawa bioaktif yang terlindung oleh penyalut kemudian harus terlepas pada kondisi spesifik yang diinginkan seperti pada saluran pencernaan agar senyawa tersebut dapat terserap dan dimanfaatkan. Pecahnya penyalut dapat disebabkan oleh pH, suhu, kelembapan, tekanan dan perubahan elektromagnetik, serta mekanisme pengeluaran bahan intinya dapat berupa difusi, disolusi, *molecular trigger* (seperti pH) dan biodegradasi. Saluran pencernaan sendiri memiliki pH yang berbeda yang menyediakan kondisi sesuai untuk pencernaan makanan. Kondisi pH tersebut diduga juga dapat memecah penyalut dari mikrokapsul sehingga senyawa intinya dapat keluar seperti pada Gambar 9.



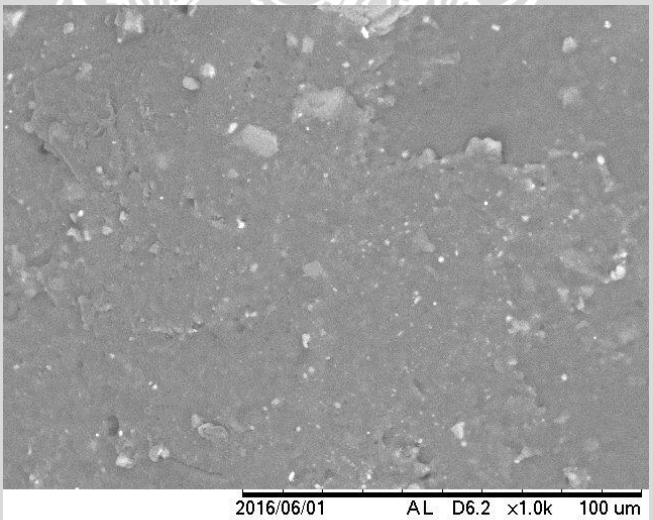
Gambar 9. Proses keluarnya senyawa inti dari kapsul (Kahn *et al*., 2010)

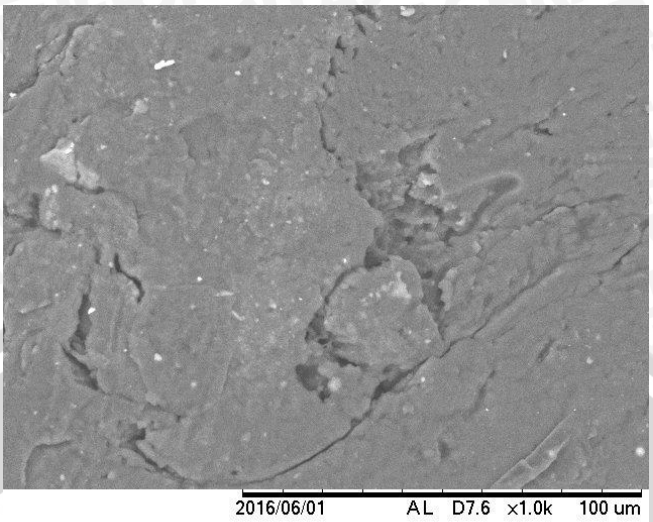
Struktur permukaan mikrokapsul ekstrak teh *S. cristaefolium* pada perlakuan pH berbeda yang diamati menggunakan SEM dengan perbesaran 1000x dapat dilihat pada Gambar 10.

(a)



(b)





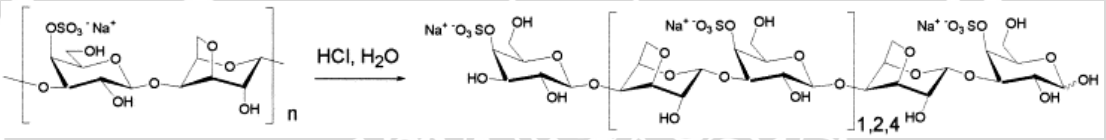
(c)

Gambar 10. Struktur mikrokapsul ekstrak teh *S. cristaefolium* pH (a) 3 (b) 6 (c) 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 pelepasan penyalut maltodekstrin:kappa karagenan mulai terjadi.

Potensi membentuk gel dan viskositas larutan karagenan akan menurun dengan menurunnya pH, karena ion H+ membantu 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^{o}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. Gambar 11 menunjukkan contoh perubahan struktur kappa karagenan karena kondisi asam. 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.



Gambar 11. Struktur kappa karregenan pada kondisi asam (Yu *et al*., 2002)

4.3 Deteksi Senyawa Bioaktif (Kualitatif dan Kuantitatif) Menggunakan Spektrofotometri *UV-Vis*

Sampel mikrokapsul ekstrak kasar teh *S. cristaefolium* dengan perlakuan pH yang berbeda diuji pada panjang gelombang 404 nm. Hal tersebut didasarkan pada hasil uji panjang gelombang absorbansi maksimum kuersetin (Lampiran 8). Hasil absorbansi sampel (Lampiran 9) dan kadar equivalen (kurva standar kuersetin pada Lampiran 10 dan perhitungan pada Lampiran 11) dapat dilihat pada Tabel 4.

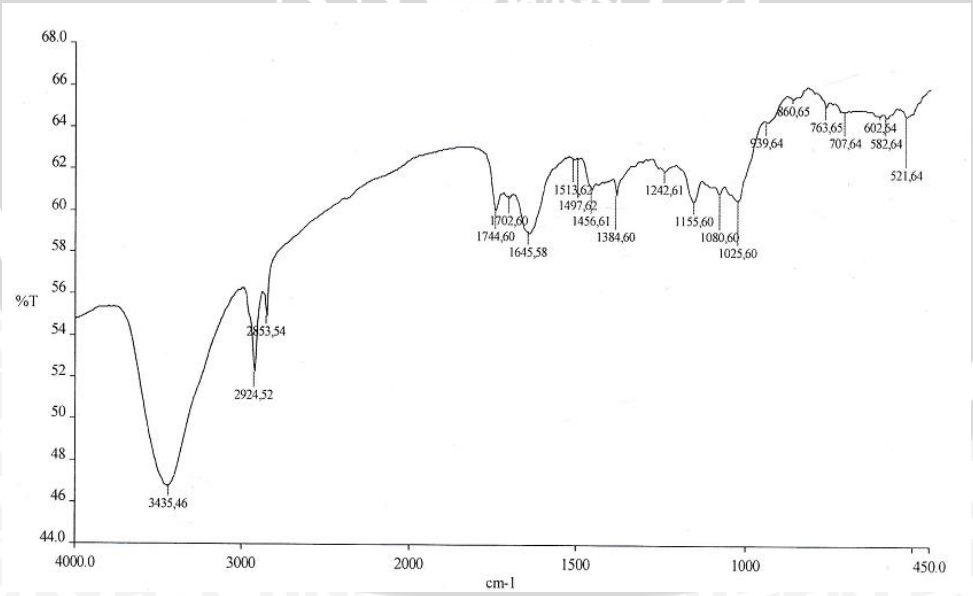
Tabel 4. Absorbansi spektrofotometri UV-Vis dan kadar equivalen

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

Berdasarkan hasil uji spektrofotometri UV-Vis pada Tabel 4, 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.

4.4 Deteksi Senyawa Bioaktif Menggunakan FT-IR (Gugus Fungsi) dan LC-MS (Berat Molekul)

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 12 dan Tabel 5.



Gambar 12. Spektrum FT-IR mikrokapsul ekstrak kasar teh *S. cristaefolium*

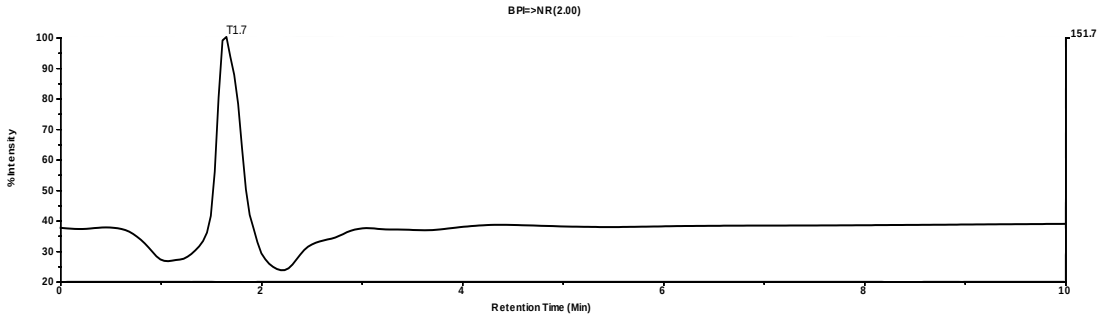
Tabel 5. Gugus fungsional pita serapan FT-IR

Sampel			Kuersetin (Fitrya, 2011)	
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

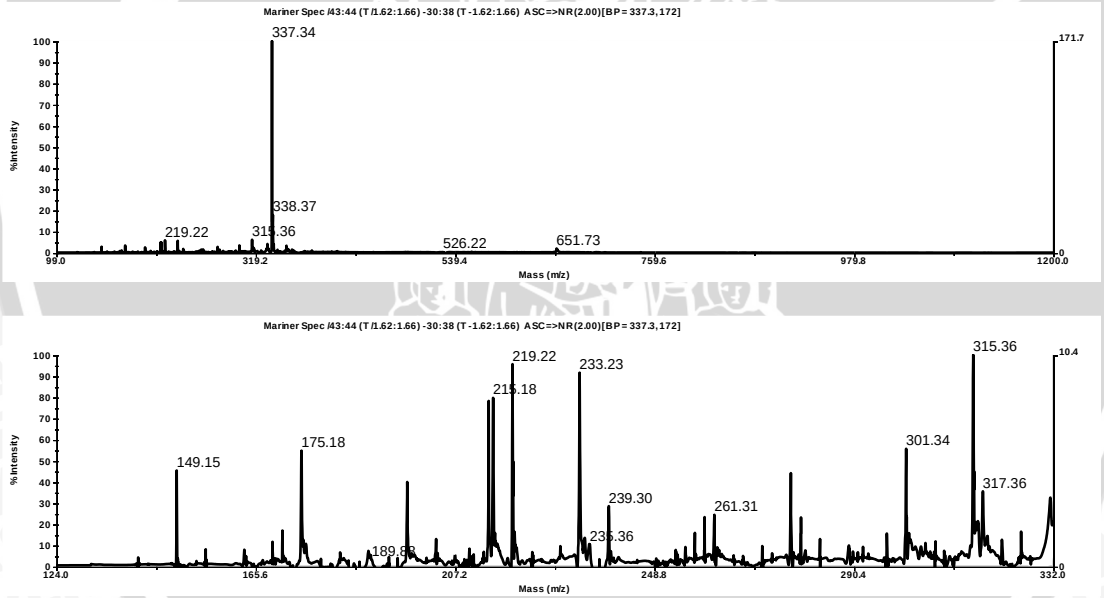
Spektrum IR tersebut memberikan informasi adanya puncak serapan gugus hidroksil pada bilangan gelombang 3435 cm^{-1}. Gugus hidroksil ini merupakan regang –OH terikat yang membentuk pita lebar dengan intensitas kuat. Adanya gugus hidroksil tersebut diperkuat dengan munculnya ulur C-O pada bilangan gelombang 1242-1025 cm^{-1}. Pita serapan pada bilangan gelombang 2924 dan 2853 cm^{-1} menunjukkan adanya regangan C-H alifatik dan diperkuat dengan munculnya serapan pada 1497-1384 cm^{-1}. Adanya regang C=O ditunjukkan oleh pita serapan pada bilangan gelombang 1744 & 1702 cm^{-1}. Pada bilangan gelombang 1645 dan 1513 cm^{-1} menunjukkan adanya regangan C=C dari senyawa aromatik yang diperkuat dengan munculnya serapan pada 763 cm^{-1} yang mengindikasikan adanya dua R yang bertentangga (orto) dalam cincin aromatik. 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 5, 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.

Analisis senyawa dilanjutkan dengan uji LC-MS untuk mengidentifikasi struktur senyawa dan berat molekul yang terdapat pada mikrokapsul ekstrak kasar teh *S. cristaefolium*. Uji LC-MS ini menggunakan metode *electrospray ionization* (ESI) modus positif dengan pelarut methanol (MeOH). Ionisasi metode ESI positif

akan menghasilkan ion molekul dengan penambahan kation, misalnya $[M+H]^+$, $[M+Na]^+$ atau ion ganda $[nM+H]^+$. Hasil uji LC-MS (Lampiran 13) menunjukan terbentuknya 1 puncak waktu retensi yaitu 1,7 menit. Pola spektrum LC-MS dapat dilihat pada Gambar 13 dan 14.



Gambar 13. Spektrum LC mikrokapsul ekstrak kasar teh *S. cristaefolium*



Gambar 14. Spektrum MS mikrokapsul ekstrak kasar teh *S. cristaefolium*

Hasil LC-MS menunjukkan terdapat spektrum fragmentasi senyawa dengan berat molekul 337 m/z yang diduga sebagai *base peak* dan juga diduga sebagai ion molekuler $[M+Na]^+$. *Peak* lain yang juga diduga sebagai ion molekuler adalah 315 m/z [M+H]+ dan 651 m/z [2M+Na]+. Ketiga *peak* yang diduga sebagai ion molekuler

tersebut menunjukkan fragmentasi senyawa dengan berat molekul 314 m/z (Tabel 6). 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.

Tabel 6. 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	

Untuk memastikan senyawa $C_{17}H_{14}O_6$ memiliki berat molekul 314, maka dihitung berdasarkan berat tiap atom molekulnya dengan perhitungan sebagai berikut.

Ar C = 12,01115

Ar H = 1,00797

Ar O = 15,9994

Mr $C_{17}H_{14}O_6$ = (17 x 12,01115) + (14 x 1,00797) + (6 x 15,999)

= 204,18955 + 14,11158 + 95,9964

= 314,297 m/z

5. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. 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 $C_{17}H_{14}O_6$.

5.2. 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

A. T. Septiana., dan A. Asnani. 2012. **Kajian Sifat Fisikokimia Ekstrak Rumput Laut Coklat *Sargassum duplicatum* Menggunakan Berbagai Pelarut dan Metode Ekstraksi**. *Agrointek*. **6**: 22-28.

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.

Ambika, S., and K. Sujatha. 2015. **Green improved processes to extract bioactive phenolic compounds from brown macroalgae using Sargassum muticum as model**. *Academic J*. **10**: 232-235.

Anaelle, T., E. S. Leorn, V. Laurent, I. Elena, J. A. Mendiola, C. Stephane, K. Nelly, L. B. Stephane, M. Luc and S. P. Valerie. 2013. **Green improved processes to extract bioactive phenolic compounds from brown macroalgae using Sargassum muticum as model**. *J. Talanta*. **104**: 44-52.

Anggraeni, N. D. 2008. **Analisa SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dalam Pemantauan Proses Oksidasi Magnetite Menjadi Hematite**. *Semnas Rekayasa Aplikasi Tek. Mesin Ind.* **7**: 50-56.

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.

Carareto, N. D. D., E. S. M. Filho, P. A. P. Filho and A. J. A. Meirelles. 2010. **Water activity of aqueous solutions of ethylene oxide-propylene oxide block copolymers and maltodextrins**. *Braz. J. Chem. Eng*. **27**.

Chronakis, L. S. 2014. **On the Molecular Characteristics, Compositional Properties, and Structural-Functional Mechanisms of Maltodextrins: A Review**. *Critical Reviews in Food Sci*. **38**: 599-637.

Committee on Codex Spesifications. 1981. **Food Chemicals Codex**. National Academy Press: Washington D. C.

Cosmos [Study Astronomy Online at Swinburne University]. 2016. **Sublimation**. Online. http://astronomy.swin.edu.au/cosmos/s/sublimation. Diakses pada tanggal 9 Juni 2016 pukul 09.28 WIB.

Desai, A. S., V. M. Chauhan, A. P. R. Johnston, T. Esler and J. W. Aylott. 2014. **Fluorescent Nnaosensors for Intracellular Measurements: Synthesis, Characterization, Calibration and Measurement**. *Frontiers in Physiology*. **4**: 1-15.

Devi, K. N., T. T. A. Kumar, K. V. Dhaneesh, T. Marudhupandi and T. Balasubramanian. 2012. **Evaluation of Antibacterial and Antioxidant Properties from Brown Seaweed, *Sargassum wightii* (Greville, 1848) Against Human Bacterial Pathogens**. *Academic Sci*. **4**: 143-149.

Dewi, E. N., L. Purnamayati dan R. A. Kurniasih. 2016. **Antioxidant Activities of Phycocyanin Microcapsules Using Maltodextrin and Carrageenan as Coating Materials**. *J. Tech*. **78**: 45-50.

Donald, R. B., and J. M. Keague. 2015. **Rosemary and Sage Extracts as Antioxidants for Food Preservation – Handbook of Antioxidants for Food Preservation**. Elsevier: Cambridge.

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

Ensminger, A. H., M. E. Ensminger, J. E. Konlande and J. R. K. Robson. 1994. **Foods and Nutrition Encyclopedia**. CRC Press: New York.

Fernandes, R. V. B., S. V. Borges and D. A. Botrel. 2014. **Gum arabic/starch/maltodextrin/inulin as wall materials on the microencapsulation of rosemary essential oil**. *Carbohydrate Polymers*. **101**: 524-532.

Fitrya. 2011. **Flavonoid Kuersetin dari Tumbuhan Benalu Teh**. *J. Penelitian Sains*. **4**: 33-37.

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

Gletfelter. 2011. **The Art of Microencapsulation**. Online. http://technologybygforce.com/science.html. Diakses pada tanggal 8 Juni 2016 pukul 09.24 WIB.

Guiry, W. 2014. ***Sargassum cristraefolium* C. Agardh**. Online. http://www.algaebase.org/ search/ species/detail/?species_id=4088. Diakses pada tanggal 10 Mei 2016 pukul 05.40 WIB.

Handayani, T., Sutarno dan A. D. Setyawan. 2004. **Analisis Komposisi Nutrisi Rumput Laut *Sargassum crassifolium* J. Agardh**. *J. Biofarmasi*. **2**: 45-52.

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

Harborn, J. B. 1987. **Metode Fitokimia: Penuntun Cara Modern Menganalisis Tumbuhan**. ITB: Bandung.

Hartono, A. D. 2016. **Efisiensi Enkapsulasi Ekstrak The Alga Coklat (*Sargassum cristaefolium*) Tersalut Kappa Karagenan (SRC) – Maltodekstrin pada pH yang Berbeda**. Skripsi. Universitas Brawijaya: Malang.

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

Heneman, K., and S. Z. Cherr. 2008. **Some Facts about Phytochemicals**. Center for Health and Nutrition Research University of California: California.

Ibrahim, S., dan M. Sitorus. 2013. **Teknik Laboratorium Kimia Organik**. Graha Ilmu: Yogyakarta.

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.

Kahn, A. P. E., N. R. Sottos, S. R. White and J. S. Moore. 2010. **Programmable Microcapsules from Self-Immolative Polymers**. *J. am. Chem. Soc.* **40**: 1-3.

Kennedy, J. F., C. J. Knill and D. W. Taylor. 1995. **Maltodextrins – Handbook of Starch Hydrolysis Products and Their Derivatives**. Springer: New York.

Kerasley, M. W., and S. Z. Dziedzic. 1995. **Handbook Starch Hydrolysis Products and their Derivatives**. Springer: New York.

Kumar, M. 2009. **Difference Between Ethanol and Methanol**. Online. http://www.differencebetween.net/science/difference-between-ethanol-andmethanol/. Diakses pada tanggal 6 Juni 2016 pukul 08.00 WIB.

Lambri, M., R. Dordoni, A.Roda and D. M. D. Faveri. 2014. **Process Development for Maltodextrins and Glucose Syrup from Cassava**. *AIDIC*. **38**: 469-474.

Laokuldilok, N., P. Thakew, P. Kopermsub and N. U. Ang. 2016. **Optimisation of microencapsulation of turmeric extract for masking flavor**. *Food Chem*. **194**: 695-704.

Li, P., and H. Makino. 2014. **Liquefied Dimethy Ether: An Energy-Saving, Green Extraction Solvent – Alternative Solvents for Natural Products Extraction**. Springer: New York.

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.

Loret, C., and W. J. Frith. 2003. **Influence of Preparation Conditions of Maltodextrin Gel on Food Texture**. *International Symposium on Food Rheology and Structure*. **3**: 515-516.

Maobe, M. A. G., L. Gitu, E. Gatebe and H. Rotich. 2012. **Phytochemical Analysis of Phenol and Flavonoid in Eight Selected Medicinal Herbs Used for the Treatment of Diabetes, Malaria and Pneumonia in Kisii, Kenya**. *Academic J. Cancer Research*. **5**: 31-39.

Marais, J. P. J., B. Deavours, R. A. Dixon and D. Ferreira. 2006. **The Stereochemistry of Flavonoids – The Science of Flavonoids**. Springer: New York.

Masduqi, A. F., M. Izzati dan E. Prihastanti. 2014. **Efek Metode Pengeringan Terhadap Kandungan Bahan Kimia Dalam Rumput Laut *Sargassumpolycystum***. *Buletin Anatomi Fisiologi*. **22**: 1-9.

McHugh, D. J. 2003. **A Guide to the Seawees Industry**. Food and Agriculture Organization of The United Nations: Roma.

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

Monte, T. 1997. **The Complete Guide to Natural Healing**. Berkley Publishing Grup: New York.

Mujumdar, A. S., C. L. Law and M. W. Woo. 2016. **Freeze Drying: Effects on Sensory and Nutritional Properties – Encyclopedia of Food and Health**. Elsevier: Oxford.

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

Nedovic, V., A. Kalusevic, V. Manojlovic, S. Levic and B. Bugarski. 2011. **An Overview of Encapsulation Technologies for Food Applications**. *Proced Food Sci 1*. **11**: 1806-1815.

Nelson, G. 2011. **Chemical Based Microencapsulation Technologies**. Online. http://www.microencapsulationinnovations.com/Chemical.html. Diakses pada tanggal 1 Agustus 2016 pukul 22.00 WIB.

Nur, M. A. 1989. **Spektroskopi**. Pusat Antar Universitas Pangan dan Gizi IPB: Bogor.

Nurmayati, D., E. Sugriati dan S. Mansoor. 2006. **Kehidupan Tumbuhan Laut**. PT. Remaja Rosdakarya: Bandung.

Parikh, A., S. Agarwal and K. Raut. 2014. **A Review on Applications of Maltodextrin in Pharmaceuitical Industry**. *IJPBS*. **4**: 67-74.

Pavia, D. L., G. M. Lampman and G. S. Kriz. 1996. **Introduction to Spectroscopy**. Sanders College Publishing: Florida.

Persatuan Ahli Gizi Indonesia. 2009. **Kamus Gizi**. Kompas Media Nusantara: Jakarta.

Priyotomo, G. 2005. **Karakterisasi Awal Kegagalan Material Baja Karbon Rendah Akibat Korosi Atmosfer di Lingkungan Industri**. *J. Korosi*. **14**: 9-16.

Rao, M. A., S. S. H. Rizvi, A. K. Datta and J. Ahmed. 2014. **Engineering Properties of Foods**. CRC Press: New York.

Ritonga, Parlaungan. 2005. **Bahasa Indonesia untuk Mahasiswa**. Bartong Jaya: Medan.

Sahin, S., and S. G. Sumnu. 2006. **Physical Properties of Foods**. Springer: New York.

Scummer, J.1998. **The Chemical Core of Chemistry I: A Conceptual Approach**. *J. Phil of Chem*. **4**: 129-162.

Sediadi, B., dan B. Utomo. 2011. **Prospek Pengembangan Teknologi Pengolahan Rumput Laut di Indonesia**. *Prosiding Forum Inovasi Tek. Akuakultur*. 1143-1151.

Setijawati, D., S. Wijana, Aulaniami dan I. Santoso. 2011. **Viabilitas dan Struktur Mikrokapsul *Lactobacillus acidophilus* dengan Bahan Penyalut Karaginan Semi Murni Jenis *Eucheuma cottonii***. *J. Tek. Pang*. **2**: 50-67.

Silalahi, J. 2006. **Makanan Fungsional**. Kanisius: Yogyakarta.

Silva, B. V. D., J. C. M. Barreira and M. B. P. P. Olivieira. 2016. **Natural Phytochemicals and Probiotics as Bioactive Ingredients for Functional Foods: Extraction, Biochemstry and Protected-Delivery**. *J. Food Sci and Tech*. **50**: 144-158.

SNI 06-6989.26. 2005. **Air dan Air Limbah – Bagian 26: Cara Uji Kadar Padatan Total secara Gravimetri.** BSN: Jakarta.

Somantri, R., dan K. Tanti. 2011. **Kisah dan Khasiat Teh**. Gramedia Pustaka Utama: Jakarta.

Sumodiningrat, G. 2007. **Pemberdayaan Sosial: Kajian Ringkas Tentang Pembangunan Manusia Indonesia**. Buku Kompas: Jakarta.

Towaha, J., dan Balitri. 2013. **Kandungan Senyawa Kimia pada Daun Teh (*Camellia sinensis*)**. *Warta Penelitian dan Pengembangan Tanaman Industri*. **19**: 12-16.

Towle, G.A. 1973. **Carrageenan**. Academic Press: New York

Trono, G. C. Jr. 1968. **Seaweeds**. Online. http://www.fao.org/3/a-w7191e/w7191e03.pdf. Diakses pada tanggal 30 Juli 2016 pukul 12.20 WIB.

Van, T. T. T., V. M. N. Hieu, T. N. H. Vi, B. M. Ly and T. T. T. Thuy. 2013. **Antioxidant Activities and Total Phenolic Content of Macroalgae from Central Coast of Vietnam**. *J. of Chem*. **25**: 6639-6642.

Wadood, A., M. Ghufran, S. B. Jamal, M. Naeem, A. Khan, R. Ghaffar and Asnad. 2013. **Phytochemical Analysis of Medicinal Plants Occurring in Local Area of Mardan**. *Biochem Anal Biochem*. **2**: 1-4.

Yamada, K., A. F. H. Imadegawa and Yamamoto. 2005. **Sustained-release pharmaceutical composition for lung administration**. Online. http://www.google.com/patents/EP1600170A1?cl=en. Diakses pada tanggal 9 Juni 2016 pukul 22.34 WIB.

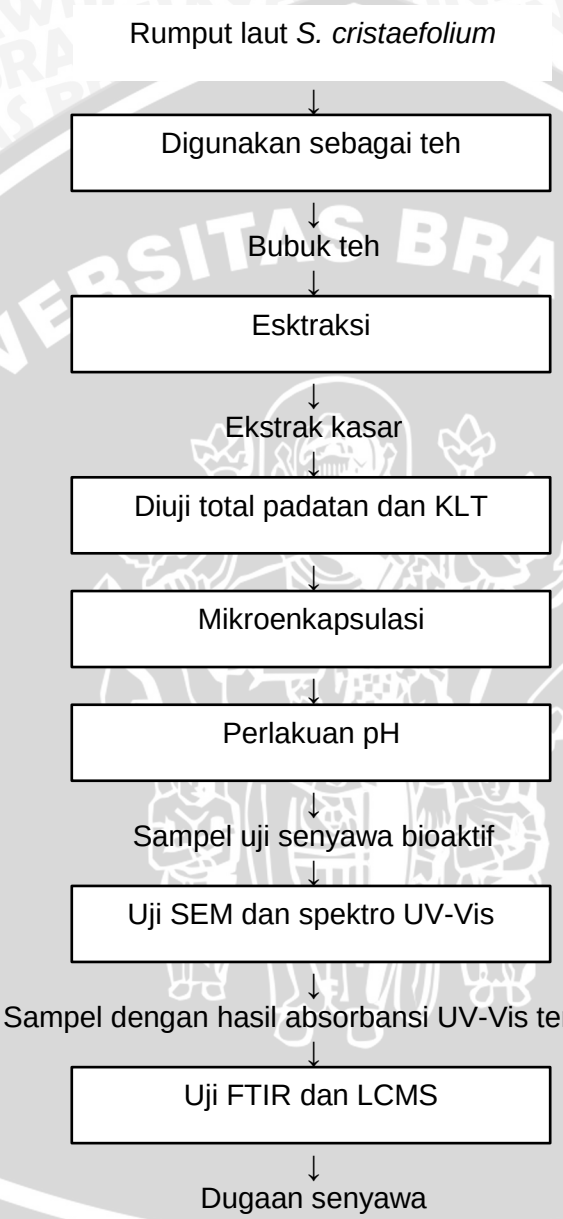
Yu, G., H. Guan, A. S. Ioanoviciu, S. A. Sikkander, C, Thanawiroon, J. K. Tobacman, T. Toida and R. J. Linhardt. 2002. **Structural studies on ^{k}-carrageenan derived oligosaccharides**. *Carbohydrate Resrc*. **337**: 434-440.

Yuan, C. W., T.C. Wu, S. L. Hsieh, Y. H. Tsai, C. W. Yeh and C. Y. Huang. 2015. **Antioxidant activity and growth inhibition of human colon cancer cells by crude and purified fucoidan preparations extracted from *Sargassum cristaefolium***. *J. Food and Drug Analys*. **23**: 766-777.

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

LAMPIRAN

Lampiran 1. Prosedur penelitian secara umum



Lampiran 2. Proses pembuatan teh *S. cristefolium*

Lampiran 3. Proses ekstraksi teh *S. cristefolium*

Teh *S. cristaefolium* kering

Dihaluskan

Diayak

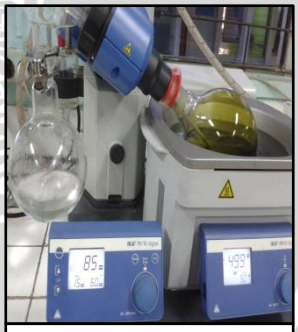
Ditimbang 6 g

Ditambah etanol PA 450 ml

Direndam dengan diaduk

Disentrifugasi

Disaring



Evaporasi

Ekstrak pekat

Lampiran 4. Perhitungan total padatan

Total Padatan

Ulangan	Berat (g)		Kadar Total Padatan (g/ml)
	A	B	
1	22,3301	32,9276	0,4239
2	22,5746	32,9296	0,4142
3	22,4965	36,2090	0,5485
Rata-rata Kadar Total Padatan			0,4622

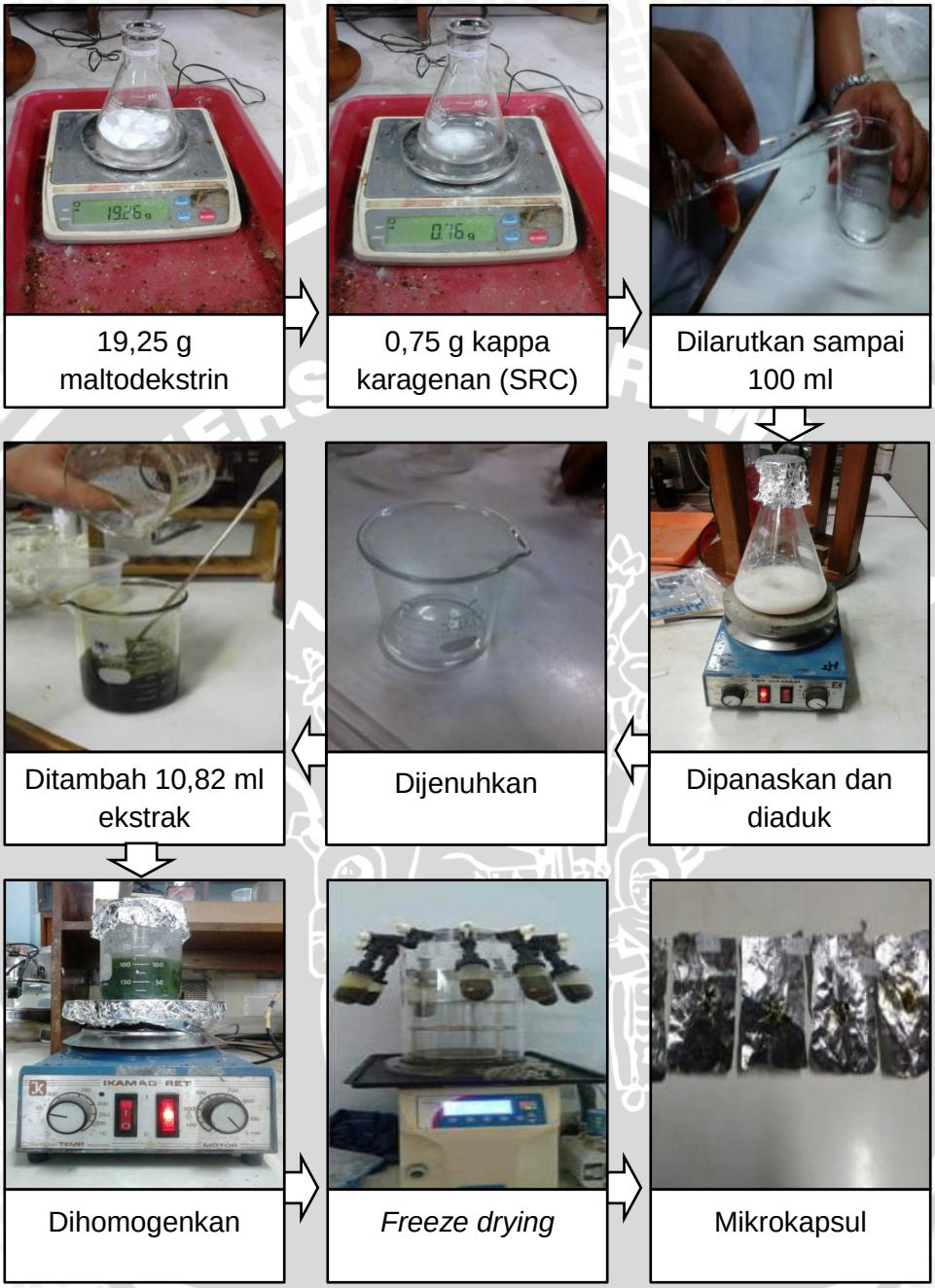
Jadi, satu ml ekstrak pekat mengandung 0,4622 g padatan

Total padatan yang akan dikapsul sebesar 25% dari 20% penyalut (1:4)

Total padatan yang akan dikapsul = $\frac{25}{100}$ x 20 = 5 gram

Volume ekstrak yang ditambahkan = $\frac{5}{0,4622}$ = 10,82 ml

Lampiran 5. Proses Mikroenkapsulasi Ekstrak Teh *S.cristaefolium*



Lampiran 6. Perhitungan Larutan Stok untuk Buffer

- Kebutuhan dinatrium fosfat (Na_2HPO_4) 0,2 M untuk larutan 100 ml

M $= \frac{massa\ Na_2HPO_4}{Mr} \times \frac{1000}{p}$

0,2 M $= \frac{massa\ Na_2HPO_4}{141{,}96} \times \frac{1000}{100}$

Massa Na_2HPO_4 = 2,84 g

- Kebutuhan asam sitrat monohidrat ($C_6H_8O_7 \bullet H_2O$) 0,1 M untuk larutan 100 ml

M $= \frac{massa\ C_6H_8O_7 \bullet H_2O}{Mr} \times \frac{1000}{p}$

0,1 M $= \frac{massa\ C_6H_8O_7 \bullet H_2O}{210{,}14} \times \frac{1000}{100}$

Massa $C_6H_8O_7 \bullet H_2O$ = 2,10 g

Lampiran 7. Proses Perlakuan pH

2,84 g Na_2HPO_4 dilarutkan sampai 100 ml (Stok A)

2,10 g asam sitrat dilarutkan sampai 100 ml (Stok B)

4,08 ml A + 15,92 ml B (buffer pH 3)

12,84 ml A + 7,16 ml B (buffer pH 6)

19,53 ml A + 0,47 ml B (buffer pH 8)

Masing-masing ditambah 3 g sampel

Direndam 5 jam

Disaring

Residu dikeringkan

Sampel kering

Lampiran 8. Perhitungan Nilai Rf

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

$= \frac{2,8}{3,5}$

$= 0,8$

Rf kuersetin $= \frac{2,8}{3,5}$

$= 0,8$

Lampiran 9. Pengujian Panjang Gelombang Maksimum Kuersetin

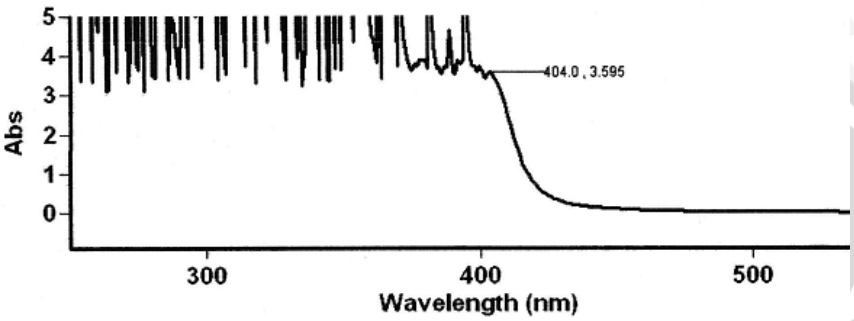
5/18/2016

Laboratorium Kimia – Fakultas Saintek

Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang

Lamdha Maks Quercetin 100 ppm

Tanggal Analisa : 18 Mei 2016



Scan Analysis Report

Report Time : Wed 18 May 08:14:46 AM 2016
Method:
Batch: D:\Layanan Analisa\UB\Fitria Tahta A\Lamdha Maks Quercetin 100 ppm (18-05-2016).DSW
Software version: 3.00(339)
Operator: Rika

Sample Name: Quercetin

Collection Time	5/18/2016 8:15:51 AM
Peak Table	
Peak Style	Peaks
Peak Threshold	0.0100
Range	800.0nm to 200.1nm

Wavelength (nm)	Abs	Wavelength (nm)	Abs
404.0	3.595	297.0	10.000
400.0	3.750	295.0	10.000
395.0	10.000	292.0	10.000
391.9	3.896	287.0	5.095
389.0	4.652	284.9	10.000
387.0	3.753	282.0	10.000
385.0	3.714	279.0	10.000
382.0	10.000	276.0	10.000
380.0	3.896	273.0	10.000
376.0	3.803	270.0	10.000
371.0	10.000	266.0	10.000
369.0	10.000	262.0	10.000
363.0	10.000	259.0	10.000
358.9	10.000	257.0	10.000
353.0	10.000	253.1	10.000
348.1	10.000	246.9	10.000
346.0	10.000	243.0	10.000
343.1	10.000	241.0	10.000
340.0	10.000	238.0	3.986
334.0	10.000	235.0	10.000
332.0	10.000	232.1	3.559
327.0	10.000	230.0	10.000
320.9	10.000	225.0	10.000
317.0	10.000	222.0	4.499
313.0	10.000	219.1	4.118
305.0	10.000	217.0	4.060
303.0	10.000	215.0	3.874

Lampiran 10. Hasil Spektrofotometri Uv-Vis

5/18/2016

Laboratorium Kimia – Fakultas Saintek

Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang

Absorbansi Sampel Ekstrak Sargasum

Tanggal Analisa : 18 Mei 2016

Advanced Reads Report

Report time	5/18/2016 9:17:26 AM
Method	
Batch name	D:\Layanan Analisa\UB\Fitria Tahta A\Absorbansi Sampel Ekstrak Sargasum (18-05-2016).BAB
Application	Advanced Reads 3.00(339)
Operator	Rika

Instrument Settings

Instrument	Cary 50
Instrument version no.	3.00
Wavelength (nm)	404.0
Ordinate Mode	Abs
Ave Time (sec)	0.1000
Replicates	3
Sample averaging	OFF

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.1193)	404.0

Analysis

Collection time 5/18/2016 9:17:26 AM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
pH 3 Kappa Malto					2.9354
					2.9697
		2.9476	0.0192	0.65	2.9376
pH 6 Kappa Malto					0.7958
					0.7954
		0.7960	0.0008	0.10	0.7969
pH 8 Kappa Malto					0.9006
					0.9030
		0.9033	0.0028	0.31	0.9062
pH 3 Gum Malto					0.1108
					0.1105
		0.1108	0.0003	0.31	0.1112
pH 6 Gum Malto					0.3810
					0.3809
		0.3810	0.0001	0.02	0.3810
pH 8 Gum Malto					0.1111
					0.1126
		0.1112	0.0013	1.16	0.1100
pH 3 Gum Kitosan					1.3623
					1.3589
		1.3594	0.0028	0.20	1.3569
pH 6 Gum Kitosan					0.2635
					0.2631
		0.2625	0.0014	0.52	0.2609
pH 8 Gum Kitosan					0.2922

Lampiran 11. Kurva Standar Kuersetin

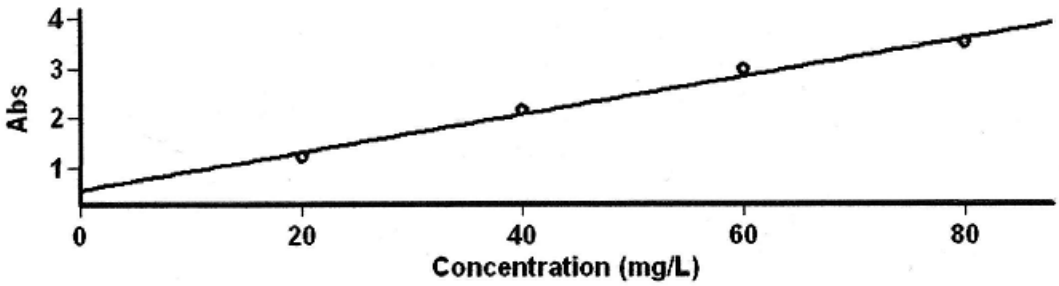
5/18/2016

Laboratorium Kimia – Fakultas Saintek

Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang

Kurva Standar Quercetin

Tanggal Analisa : 18 Mei 2016



Concentration Analysis Report

Report time	5/18/2016 9:02:46 AM
Method	
Batch name	D:\Layanan Analisa\UB\Fitria Tahta A\Kurva Standar Quercetin (18-05-2016).BCN
Application	Concentration 3.00(339)
Operator	Rika

Instrument Settings

Instrument	Cary 50
Instrument version no.	3.00
Wavelength (nm)	404.0
Ordinate Mode	Abs
Ave Time (sec)	0.1000
Replicates	3
Standard/Sample averaging	OFF
Weight and volume corrections	OFF
Fit type	Linear
Min R^2	0.95000
Concentration units	mg/L

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.1124)	404.0

Calibration

Collection time 5/18/2016 9:03:53 AM

Standard	Concentration mg/L	F	Mean	SD	%RSD	Readings
Std 1						1.2111
						1.2154
	20.0		1.2144	0.0029	0.24	1.2166
Std 2						2.1439
						2.1311
	40.0		2.1334	0.0096	0.45	2.1252
Std 3						2.9277
						2.9801
	60.0		2.9517	0.0265	0.90	2.9472

5/18/2016

Laboratorium Kimia – Fakultas Saintek

Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang

Std 4					3.4876
					3.5223
	80.0	3.4824	0.0427	1.23	3.4373

Calibration eqn	Abs = 0.03811*Conc +0.53986
Correlation Coefficient	0.98660
Calibration time	5/18/2016 9:06:21 AM

Results Flags Legend

U = Uncalibrated	O = Overrange
N = Not used in calibration	R = Repeat reading

Lampiran 12. Perhitungan Kadar Equivalen

- pH 3: absorbansi = 2,9476

  y = 0,03811x + 0,53986

  2,9476 = 0,03811x + 0,53986

  x $= \frac{2,9476-0,53986}{0,03811}$

  = 63,1787

  Kadar equivalen $= \frac{x}{berat\ sampel}$ x faktor pengencer

  $= \frac{63,1787}{0,01}$ x 1

  = 6317,8693 µgQE/g

  = 0,0063 gQE/g sampel

- pH 6: absorbansi = 0,7960

  y = 0,03811x + 0,53986

  0,7960 = 0,03811x + 0,53986

  x $= \frac{0,7960-0,53986}{0,03811}$

  = 6,7211

  Kadar equivalen $= \frac{x}{berat\ sampel}$ x faktor pengencer

  $= \frac{6,7211}{0,01}$ x 1

  = 672,1070 µgQE/g

  = 0,0007 gQE/g sampel

- pH 8: absorbansi = 0,9033

  y = 0,03811x + 0,53986

  0,9033 = 0,03811x + 0,53986

  x $= \frac{0,9033-0,53986}{0,03811}$

= 9,5366

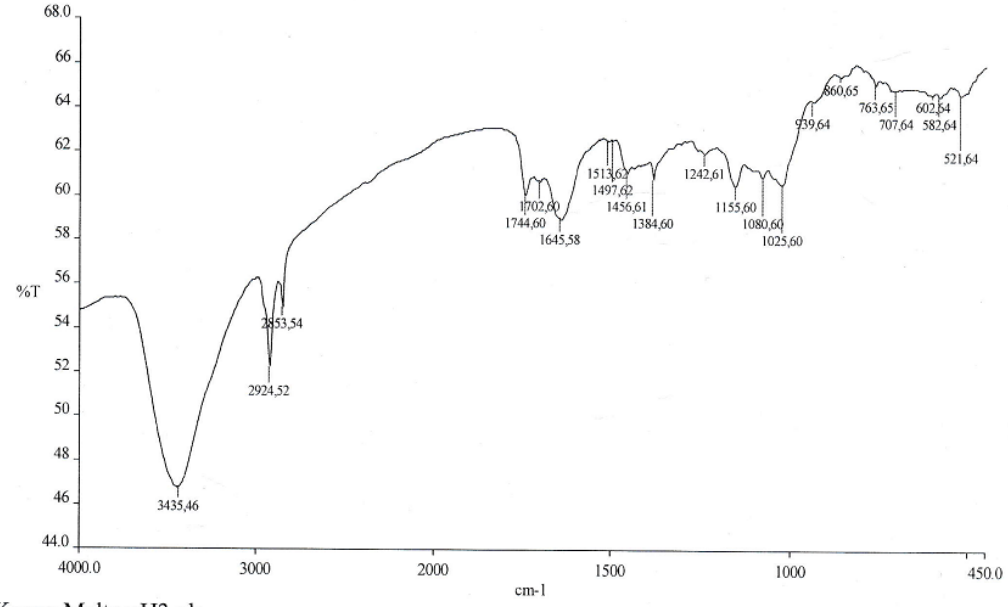
Kadar equivalen = $\frac{x}{berat\ sampel}$ x faktor pengencer

= $\frac{9,5366}{0,01}$ x 1

= 953,6604 µgQE/g

= 0,0009 gQE/g sampel

Lampiran 13. Hasil FT-IR



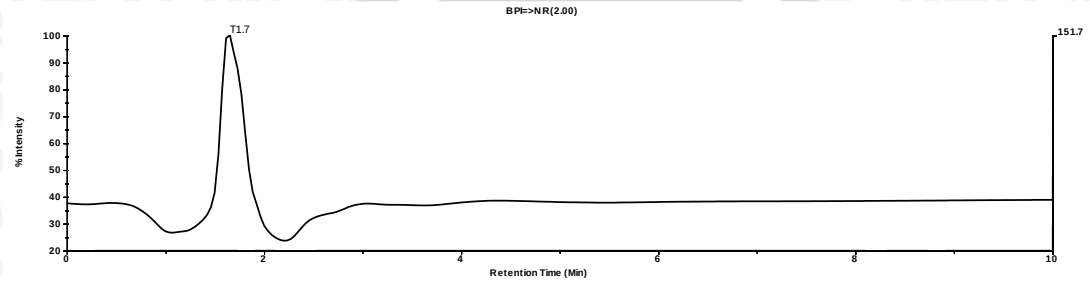
Kappa Malto pH3.pk

Kappa Malto pH3.001 3551 4000 450 46 66 4 %T 1 0

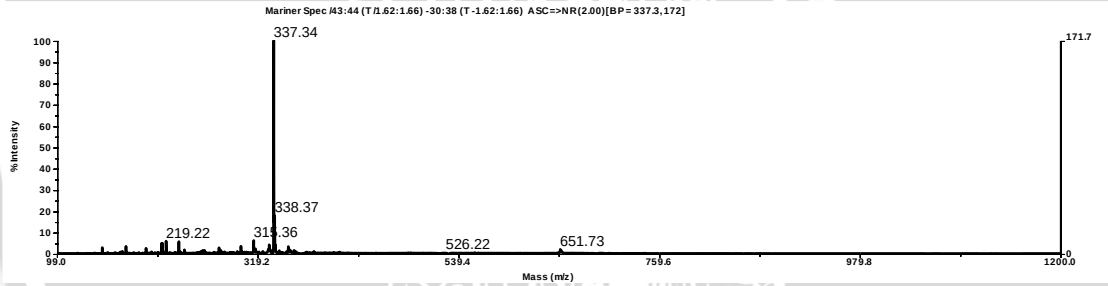
REF 4000 54 2000 62 600
3435 46 2924 52 2853 54 1744 60 1702 60
1645 58 1513 62 1497 62 1456 61 1384 60
1242 61 1155 60 1080 60 1025 60 939 64
860 65 763 65 707 64 602 64 582 64
521 64
END 21 PEAK(S) FOUND

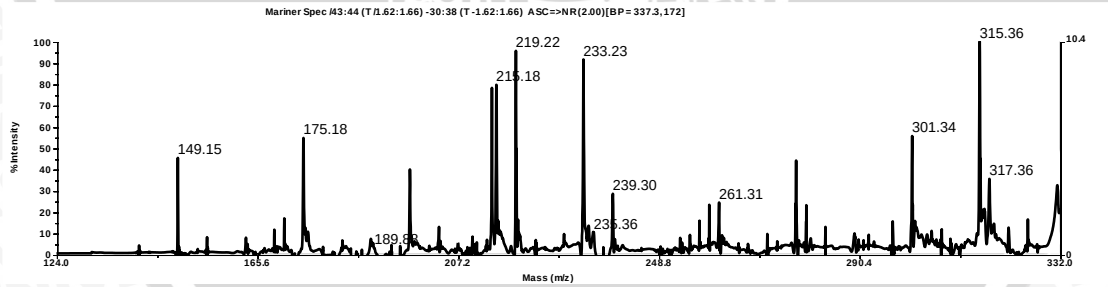
Lampiran 14. Hasil LC-MS

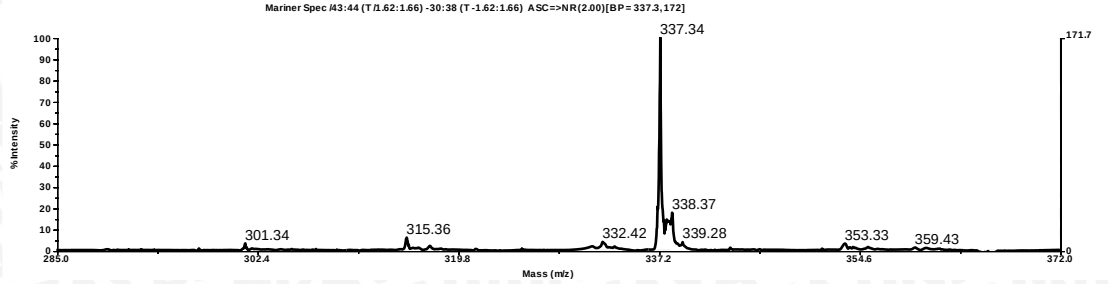
Mhs UB Fitria Kappa Malta LC MS –ESI pos ion
Vol injection 2ul
Flow 0.1 ml/min
Collumn C-18 (15mm x 1mm)
Eluent MeOH

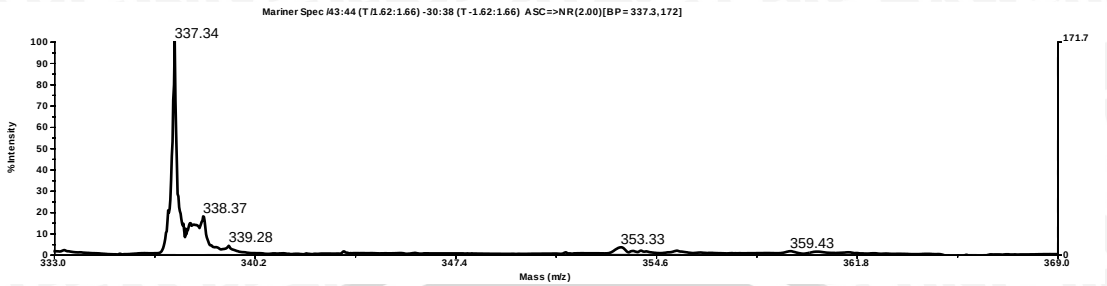


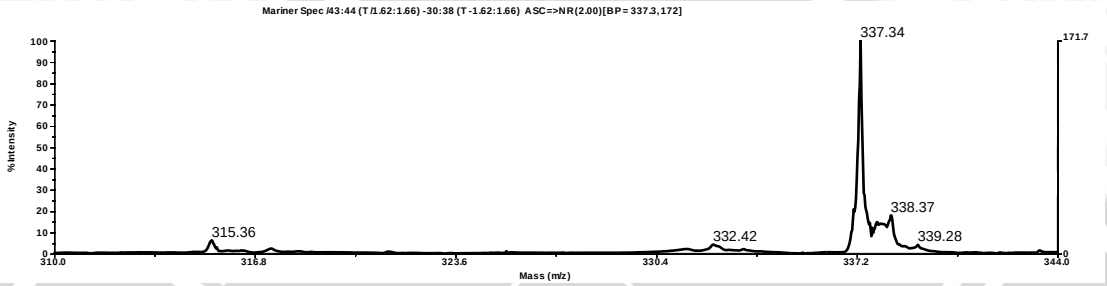
Index	Time	Lower Bound	Upper Bound	Height	Area
1	1.659233	1.156167	2.161950	152	931.37

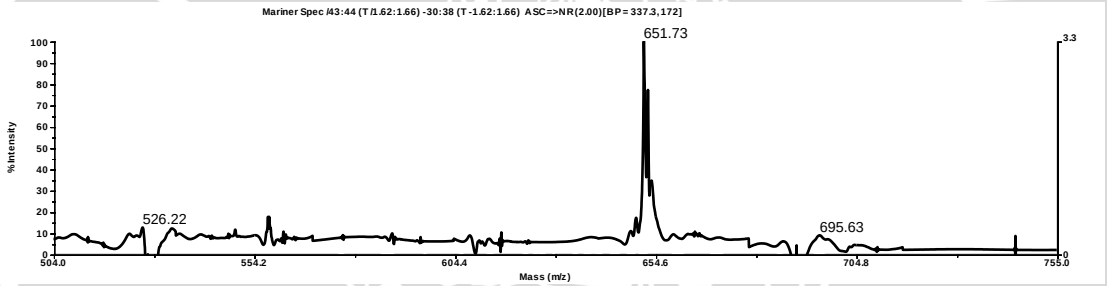




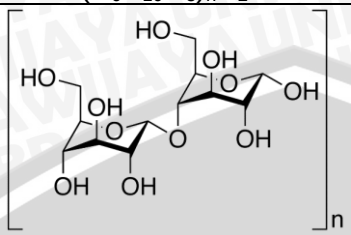
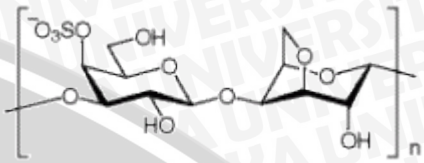



Mariner Spec #43:44 (T/1.62:1.66) -30:38 (T-1.62:1.66) ASC=>NR(2.00)[BP=337.3,172]
337.34
338.37
339.28
353.33
359.43
%Intensity
Mass (m/z)


Mariner Spec #43:44 (T/1.62:1.66) -30:38 (T-1.62:1.66) ASC=>NR(2.00)[BP=337.3,172]
337.34
315.36
332.42
338.37
339.28
%Intensity
Mass (m/z)


Mariner Spec #43:44 (T/1.62:1.66) -30:38 (T-1.62:1.66) ASC=>NR(2.00)[BP=337.3,172]
651.73
526.22
695.63
%Intensity
Mass (m/z)

Lampiran 16. Spesifikasi Bahan Penyalut

Spesifikasi	Maltodekstrin	Kappa Karagenan
Rumus molekul	$(C_6H_{10}O_5)_nH_2O$	$C_{24}H_{36}O_{25}S_2^{-2}$
Struktur kimia		
Berat molekul	504.437 g/mol	788.65764 g/mol
Konstanta dielektrik	2,42	2,951
Jumlah unit (n)	3 – 20	~
Sifat	- Dalam bentuk sol mengalami hidrasi dan pembengkakan. - Pada konsentrasi tinggi membentuk Kristal. - Transisi sol menjadi gel terjadi cukup lambat, diikuti proses hidrasi dan penggabungan dengan ikatan heliks lain. - Gel bersifat kurang stabil terhadap mekanik, elastisitasnya rendah, sangat kaku dan sangat keruh, serta sifat pelelehannya rendah saat dipanaskan. - Konstanta dielektrik mempengaruhi sifat gelasinya, dimana semakin tinggi KD maka semakin tidak tergelatinisasi dan sebaliknya.	- Karagenan jenis kappa kurang hidrofilik karena lebih banyak memiliki gugus 3,6-anhidro-D-galaktosa. - Karagenan dalam larutan memiliki stabilitas maksimum pada pH 9 dan akan terhidrolisis pada pH dibawah 3,5. Kondisi proses produksi karagenan dapat dipertahankan pada pH 6 atau lebih. Hidrolisis asam akan terjadi jika karagenan berada dalam bentuk larutan, hidrolisis akan meningkat sesuai dengan peningkatan suhu. Larutan karagenan akan menurun viskositasnya jika pHnya diturunkan dibawah 4,3. - Potensi membentuk gel dan viskositas larutan karagenan akan menurun dengan menurunnya pH, karena ion H+ membantu proses hidrolisis ikatan glikosidik pada molekul karagenan