

**PENDUGAAN SENYAWA BIOAKTIF PADA ENKAPSULAT TEH DAUN
ALGA COKLAT *Sargassum cristaefolium* TERSALUT GUM ARAB
DAN DEKSTRIN DENGAN VARIASI pH**

**SKRIPSI
PROGRAM STUDI TEKNOLOGI HASIL PERIKANAN
JURUSAN MANAJEMEN SUMBERDAYA PERAIRAN**

**Oleh :
NUR INDA ANNISA'UL HANIFAH
NIM. 125080306111005**



**FAKULTAS PERIKANAN DAN ILMU KELAUTAN
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2016**

**PENDUGAAN SENYAWA BIOAKTIF PADA ENKAPSULAT TEH DAUN
ALGA COKLAT *Sargassum cristaefolium* TERSALUT GUM ARAB
DAN DEKSTRIN DENGAN VARIASI pH**

**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 :
NUR INDA ANNISA'UL HANIFAH
NIM. 125080306111005**



**FAKULTAS PERIKANAN DAN ILMU KELAUTAN
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2016**

SKRIPSI

PENDUGAAN SENYAWA BIOAKTIF PADA ENKAPSULAT TEH DAUN ALGA COKLAT *Sargassum cristaefolium* TERSALUT GUM ARAB DAN DEKSTRIN DENGAN VARIASI pH

Oleh :
NUR INDA ANNISA'UL HANIFAH
NIM. 125080306111005

Telah dipertahankan di depan penguji
pada tanggal 28 September 2016
dan dinyatakan telah memenuhi syarat

Menyetujui

Dosen Penguji I



Dr. Sc. Asep Awaludin P. S.Pi., MP
NIP. 19810602 200604 1 001
Tanggal: 17 OCT 2016

Dosen Pembimbing I



Dr. Ir. Hartati Kartikaningsih, MS
NIP. 19640726 198903 2 004
Tanggal: 17 OCT 2016

Dosen Penguji II



Yunita Eka Puspitasari, S.Pi., MP
NIP. 19840607 201012 2 003
Tanggal: 17 OCT 2016

Dosen Pembimbing II



Dr. Ir. Bambang Budi Sasmito, MS
NIP. 19570119 198601 1 001
Tanggal: 17 OCT 2016

Mengetahui
Ketua Jurusan Manajemen Sumberdaya Perairan



Dr. Ir. Arning Wiluleng Ekawati, MS
NIP. 19620805 198603 2 001
Tanggal: 17 OCT 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 disebutkan dalam daftar pustaka.

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

Malang, Oktober 2016

Mahasiswa

NUR INDA ANNISA'UL HANIFAH

RINGKASAN

NUR INDA ANNISA'UL HANIFAH (NIM 125080306111005). Skripsi Tentang Pendugaan Senyawa Bioaktif pada Enkapsulat Teh Daun Alga Coklat *Sargassum cristaefolium* Tersalut Gum Arab dan Dekstrin dengan Variasi pH. (dibawah bimbingan **Dr. Ir. HARTATI KARTIKANINGSIH, MS** dan **Dr. Ir. BAMBANG BUDI SASMITO, MS**).

Keanekaragaman rumput laut di Indonesia merupakan yang terbesar dibandingkan dengan Negara lain. Namun, pemanfaatan rumput laut di Indonesia, terutama untuk keperluan industri dan kesehatan masih belum

optimal. *Sargassum cristaefolium* mempunyai kandungan metabolit sekunder diantaranya dari golongan fenol yaitu seperti flavonoid, tannin, alkaloid, saponin, terpenoid antosianin. Flavonoid merupakan salah satu senyawa yang larut dalam pelarut polar maka perlu adanya perlakuan agar senyawa yang terkandung dalam *Sargassum cristaefolium* dapat keluar salah satunya dengan cara ekstraksi. Setelah didapatkan ekstrak selanjutnya dilakukan proses enkapsulasi. Gum arab dan dekstrin merupakan jenis enkapsulat yang dapat digunakan pada proses enkapsulasi. Penggunaan kombinasi gum arab dan dekstrin lebih meningkatkan sifat fisik, kimia dan organoleptik.

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui jenis senyawa bioaktif yang terkandung dalam enkapsulat teh daun *Sargassum cristaefolium* tersalut gum arab dan dekstrin dengan variasi pH. Penelitian dilaksanakan pada bulan Maret 2016 – Juni 2016. Metode yang digunakan pada penelitian ini adalah metode deskriptif-eksploratif (tanpa hipotesis) untuk mendapatkan kesimpulan tentang pendugaan senyawa bioaktif dari enkapsulat ekstrak kasar teh *Sargassum cristaefolium* tersalut gum arab dan dekstrin pada pH yang berbeda dengan data yang diperoleh dari pengujian SEM, KLT, spektrofotometri UV-Vis, FTIR dan LC-MS. Tahapan yang dilakukan dalam penelitian ini diantaranya pembuatan enkapsulat teh *Sargassum cristaefolium*, proses ekstraksi teh daun *Sargassum cristaefolium*, proses enkapsulasi, perlakuan pH.

Enkapsulasi ekstrak kasar teh daun *Sargassum cristaefolium* tersalut gum arab dan dekstrin berdasarkan pengujian SEM diduga pecah dan mengeluarkan senyawa bioaktifnya pada pH 6. Hasil identifikasi senyawa dengan KLT, spektrofotometri UV-Vis, FT-IR, dan LC-MS terhadap sampel tersebut menunjukkan bahwa terdapat serapan pada $\lambda_{\max}$ 404 nm, berat molekul senyawa dugaan sebesar 314 m/z (Rt 0,8) serta gugus-gugus yang terdeteksi antara lain O-H, C-H, C=O, C=C, C-O. Dengan demikian, enkapsulat ekstrak kasar teh daun *Sargassum cristaefolium* diduga mengandung senyawa flavonoid turunan dari kuersetin yaitu 3,7-Dihidroksi-3',4'-dimetoksiflavin dengan rumus kimia $C_{17}H_{14}O_6$.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa laporan skripsi ini tidak akan tersusun dengan lancar tanpa adanya bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, serta orang-orang yang membantu dalam menyelesaikan tulisan ini. Rasa hormat dan terima kasih sebesar-besarnya kami sampaikan kepada :

1. Allah SWT yang selalu memberikan kasih sayang, pencerahan dan kemudahan di dalam hidup saya.
2. Ibu Dr. Ir. Hartati Kartikaningsih, MS selaku Dosen Pembimbing I, yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan mulai dari awal penelitian sampai akhir penulisan skripsi ini dapat terselesaikan.
3. Bapak Dr. Ir. Bambang Budi Sasmito, MS selaku Dosen Pembimbing II, yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan serta motivasi, sehingga penulisan laporan ini dapat tersusun hingga selesai.
4. Bapak Dr. Sc. Asep Awaludin P, S.Pi., MP dan Ibu Yunita Yunita Eka Puspitasari, S.Pi., MP selaku dosen penguji I dan II yang telah sabar memberikan bimbingan dan arahan dalam pengerjaan laporan ini.
5. Sujud Syukur dan terima kasih yang tak terhingga penulis persembahkan kepada kedua orang tua tercinta saya Bapak Bunawi S.Pd, MM dan Ibu Kisrowiyah, adik tersayang atas dukungan do'a dan kasih sayang serta materi, sehingga laporan skripsi ini dapat terselesaikan.
6. Sahabat yang sudah seperti keluarga: Yana, Cheche, Melinda, Irama, Aqni, Icha, Anne saya ucapkan terima kasih atas do'a dan semangatnya selama ini..
7. Tim "*spray dryer pH*" (Lely, Sandi, Sun'an) yang telah sabar menghadapi saya dan menghabiskan waktu selama ± 10 bulan untuk penelitian dan mengerjakan laporan ini.
8. Dini, Ana, Sely, Devy, Mayang, Mbak Ima yang selalu mendengarkan keluh kesahku setiap harinya dari mulai awal penelitian sampai terselesainya laporan ini.

9. Sahabat PKM dan SKRIPSI yang selalu semangat dari awal penelitian sampai akhir dan THP 2012 lainnya yang tidak bisa disebutkan satu persatu saya ucapkan banyak terima kasih atas do'a, semangat, serta persahabatan dalam belajar dan menempuh sebuah gelar sarjana. UNITY...Fishtech!!!

Malang, 9 Oktober 2016

Penulis



KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT atas rahmat dan karuniaNya sehingga penulis dapat menyelesaikan Skripsi dengan judul "Pendugaan Senyawa Bioaktif pada Enkapsulat Teh Daun Alga Coklat *Sargassum cristaefolium* Tersalut Gum Arab dan Dekstrin dengan Variasi pH". Skripsi ini disusun sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana perikanan di Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan Universitas Brawijaya.

Skripsi ini mengenai pendugaan senyawa bioaktif yang terkandung dalam enkapsulat ekstrak kasar teh daun *Sargassum cristaefolium* tersalut Gum Arab dan Dekstrin pada pH yang berbeda yakni pH asam, pH netral dan pH basa. Skripsi ini berisikan pendahuluan, tinjauan pustaka, metode penelitian, hasil dan pembahasan serta penutup berupa kesimpulan dan saran. Penulis menyadari bahwa dalam laporan skripsi ini masih terdapat banyak kekurangan, sehingga adanya kritik dan saran dari pembaca nantinya kami harapkan dapat menambah kesempurnaan laporan ini. Akhirnya, semoga dapat bermanfaat bagi pengembangan ilmu pengetahuan khususnya bagi kami pribadi dan pembaca.

Malang, Oktober 2016

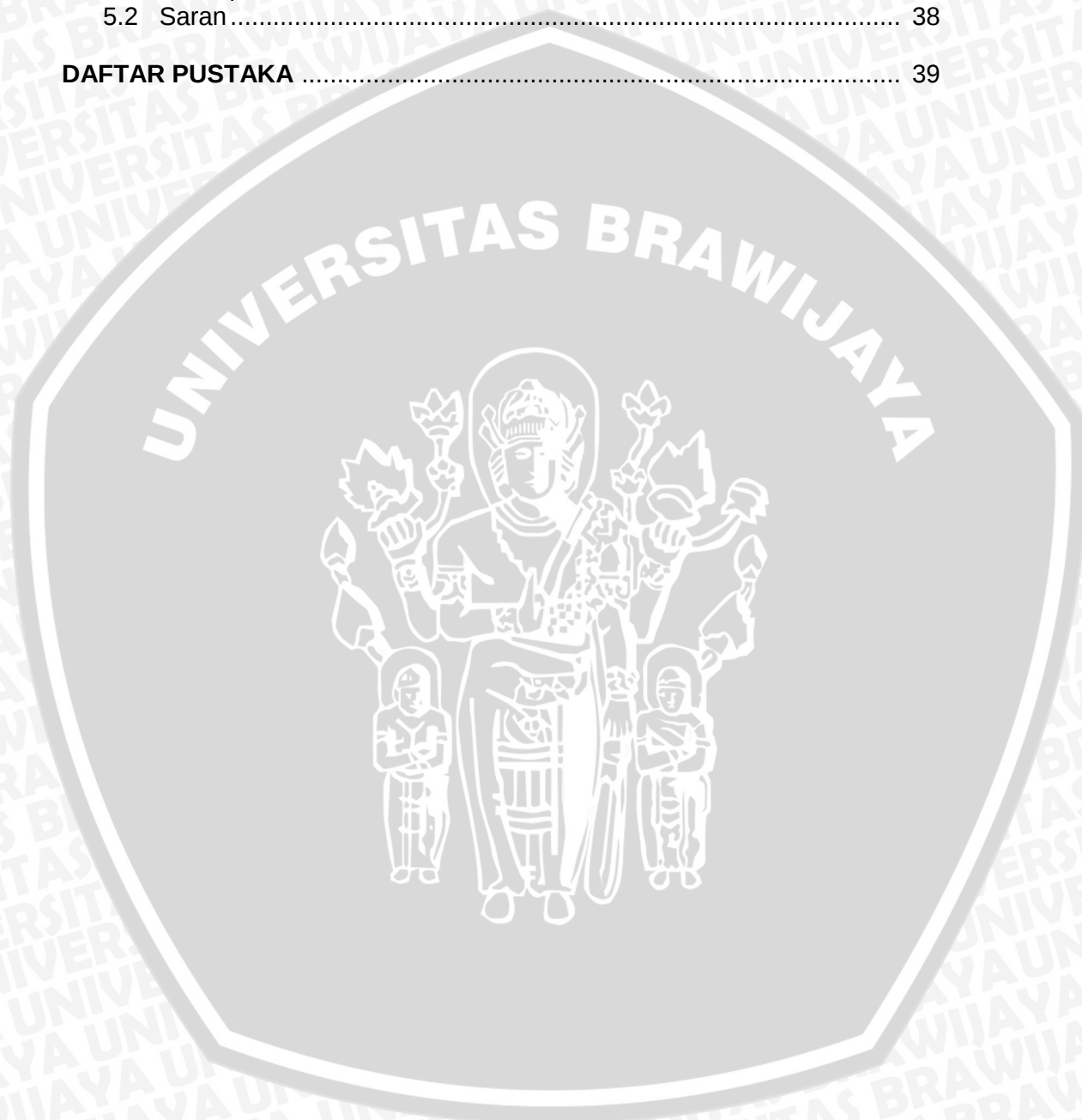
Penulis



DAFTAR ISI

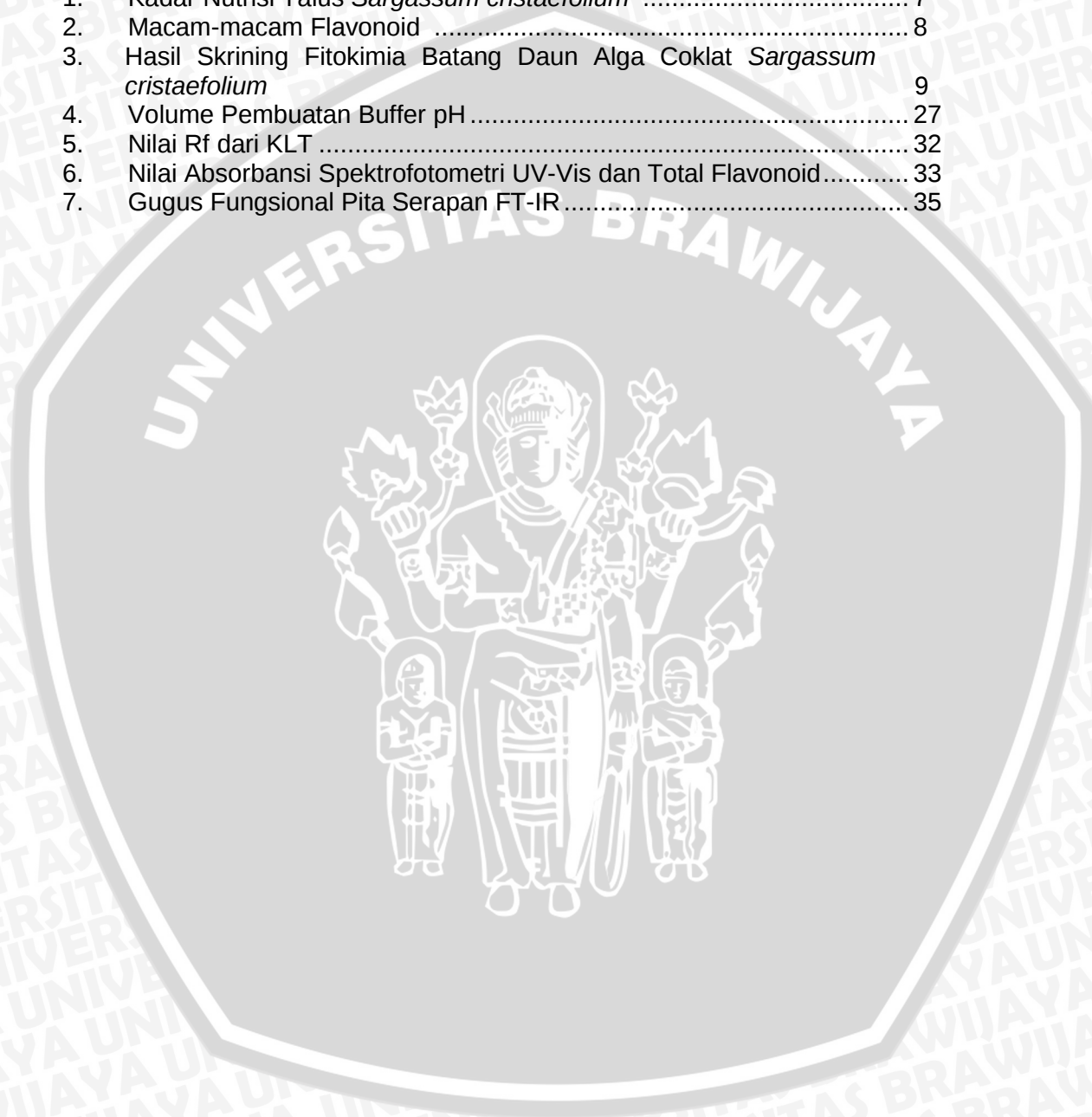
	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	iii
RINGKASAN.....	iv
UCAPAN TERIMA KASIH.....	v
KATA PENGANTAR.....	vli
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR TABEL.....	x
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
 1. PENDAHULUAN	 1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian.....	4
1.4 Kegunaan Penelitian.....	4
1.5 Waktu dan Tempat.....	5
 2. TINJAUAN PUSTAKA.....	 6
2.1 Alga Coklat <i>Sargassum cristaefolium</i>	6
2.2 Komposisi Kimia <i>Sargassum cristaefolium</i>	7
2.3 Senyawa Bioaktif <i>Sargassum cristaefolium</i>	8
2.4 Teh Alga Coklat	9
2.5 Ekstraksi	11
2.6 Enkapsulasi	12
2.7 Bahan Penyalut	13
2.8.1 Gum Arab	13
2.8.2 Dekstrin	14
2.8 Analisa Struktur Enkapsulat dan Senyawa Bioaktif	16
2.9.1 <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM).....	16
2.9.2 Kromatografi Lapis Tipis (KLT)	17
2.9.3 Spektrofotometer UV-Vis	18
2.9.4 <i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i> (FT-IR)	18
2.9.5 <i>Liquid Chromatography Massa Spectrometry</i> (LC-MS)	19
 3 METODE PENELITIAN	 20
3.1 Materi Penelitian	20
3.2.1 Bahan Penelitian	20
3.2.2 Alat Penelitian	20
3.2 Metode Penelitian	21
3.3 Prosedur Penelitian.....	22
3.3.1 Pembuatan Teh Daun <i>Sargassum cristaefolium</i>	23
3.3.2 Proses Ekstraksi Teh Daun <i>Sargassum cristaefolium</i>	23
3.3.3 Uji Kromatografi Lapis Tipis (KLT)	24
3.3.4 Proses Enkapsulasi	25
3.3.5 Perlakuan pH.....	26
3.4 Parameter Uji	27

4 HASIL DAN PEMBAHASAN	28
4.1 Hasil <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	28
4.2 Pendugaan Senyawa Bioaktif	31
5 PENUTUP.....	38
5.1 Kesimpulan	38
5.2 Saran	38
DAFTAR PUSTAKA	39



DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Kadar Nutrisi Talus <i>Sargassum cristaefolium</i>	7
2. Macam-macam Flavonoid	8
3. Hasil Skrining Fitokimia Batang Daun Alga Coklat <i>Sargassum cristaefolium</i>	9
4. Volume Pembuatan Buffer pH	27
5. Nilai Rf dari KLT	32
6. Nilai Absorbansi Spektrofotometri UV-Vis dan Total Flavonoid.....	33
7. Gugus Fungsional Pita Serapan FT-IR.....	35



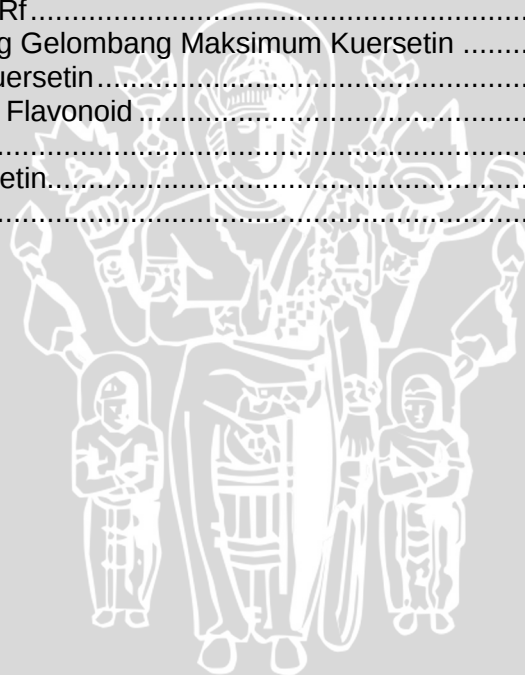
DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. <i>Sargassum cristaefolium</i>	6
2. Daun <i>Sargassum cristaefolium</i>	7
3. Struktur Kimia Gum Arab.....	14
4. Struktur Kimia Dekstrin	15
5. Prosedur Penelitian	22
6. Struktur Enkapsulat Teh Daun <i>Sargassum cristaefolium</i>	29
7. Hasil Kromatografi Lapis Tipis	32
8. Spektrum FT-IR Enkapsulat Ekstrak Kasar Teh Daun <i>Sargassum cristaefolium</i> pada pH 6	34
9. Spektrum LC-MS Enkapsulat Ekstrak Kasar Teh Daun <i>Sargassum cristaefolium</i> pada pH 6	37
10. Struktur 3,7-Dihidroksi-3',4'-dimetoksiflavin	38



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Proses Pembuatan Teh <i>Sargassum cristaefolium</i> Kering	46
2. Proses Ekstraksi Teh Daun <i>Sargassum cristaefolium</i>	47
3. Hasil Uji Total Padatan	48
4. Uji Kromatografi Lapis Tipis (KLT)	49
5. Proses Enkapsulasi Teh Daun <i>Sargassum cristaefolium</i>	50
6. Prosedur Pembuatan Larutan Buffer pH	51
7. Proses Perlakuan pH	53
8. Foto Proses Pembuatan Teh Daun <i>Sargassum cristaefolium</i> Kering	54
9. Foto Proses Ekstraksi Teh Daun <i>Sargassum cristaefolium</i>	55
10. Foto Proses Enkapsulasi Teh Daun <i>Sargassum cristaefolium</i>	56
11. Foto Prosedur Perlakuan pH	57
12. Foto Proses Pengujian KLT	58
13. Perhitungan Nilai Rf	59
14. Pengujian Panjang Gelombang Maksimum Kuersetin	60
15. Kurva Standart Kuersetin	61
16. Perhitungan Total Flavonoid	62
17. Hasil FT-IR	64
18. Hasil FT-IR Kuersetin	65
19. Hasil LC-MS	66



1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Rumput laut atau lebih dikenal dengan sebutan seaweed merupakan salah satu sumber daya hayati yang sangat melimpah di perairan Indonesia. Keanekaragaman rumput laut di Indonesia merupakan yang terbesar dibandingkan dengan Negara lain. Namun, pemanfaatan rumput laut di Indonesia, terutama untuk keperluan industri dan kesehatan masih belum optimal (Suparmi dan Achmad, 2009).

Sargassum sp. mempunyai kandungan nutrisi/zat gizi cukup tinggi, seperti protein dan beberapa mineral esensial, hanya saja analisis komposisi nutrisinya masih belum lengkap. (Mursyidin *et al.*, 2002). Rumput laut jenis *Sargassum cristaefolium* atau alga coklat (*Phaeophyceae*) merupakan salah satu rumput laut yang banyak ditemui di perairan Indonesia salah satunya di daerah Pulau Talango, Kabupaten Sumenep, Madura. Secara umum pemanfaatan rumput laut jenis ini masih kurang, sehingga sering dianggap sebagai sampah laut karena memiliki aroma yang ami. Salah satu bagian rumput laut coklat yang bisa dimanfaatkan adalah bagian daun. Daun dari *Sargassum cristaefolium* dapat dimanfaatkan sebagai minuman salah satunya yaitu teh. Menurut penelitian yang dilakukan oleh Granza *et al.* (2005), teh mempunyai banyak manfaat salah satunya sebagai antioksidan, dimana antioksidan tersebut dapat menetralisasi radikal bebas karena banyak mengandung senyawa polifenol golongan flavonoid.

Sargassum cristaefolium mempunyai kandungan metabolit sekunder diantaranya dari golongan fenol yaitu seperti flavonoid, tannin, alkaloid, saponin, terpenoid antosianin (Fahri *et al.*, 2010). Flavonoid merupakan salah satu

senyawa yang larut dalam pelarut polar makan perlu adanya perlakuan agar senyawa yang terkandung dalam *Sargassum cristaefolium* dapat keluar salah satunya dengan cara ekstraksi (Anam, 2015). Oleh karena itu, perlu dilakukan perlakuan lanjutan untuk mengetahui kandungan senyawa apa saja yang terkandung didalamnya.

Ekstrak *Sargassum cristaefolium* mempunyai kemampuan untuk meregulasi lipid dalam darah, yang termasuk didalamnya yaitu menurunkan konsentrasi kolesterol total (TC) dalam darah, menurunkan konsentrasi trigliserida (TG) dalam darah, meningkatkan konsentrasi lipoprotein kolesterol *high-density* (HDL-C) dalam darah, menurunkan konsentrasi lipoprotein kolesterol *low-density* (LDL-C) dalam darah dan meningkatkan aktivitas antioksidan (Wong dan Lin, 2014). Setelah didapatkan ekstrak selanjutnya dilakukan proses enkapsulasi. Proses enkapsulasi bertujuan untuk melindungi senyawa yang terkandung dalam teh daun *Sargassum cristaefolium*. Selain itu untuk mengurangi bau amis dan meningkatkan mutu. Enkapsulasi merupakan salah satu teknik untuk meningkatkan jumlah total padatan dan mencegah kerusakan bahan akibat panas selain itu juga mengubah penampilannya dari partikel cair ke padat dengan melapisi bahan dengan menambahkan kombinasi bahan pengisi satu dengan bahan lainnya

Enkapsulasi banyak digunakan dalam produksi flavor kering, padahal sebagian besar senyawa flavor yang digunakan dalam industri berbentuk cair (pada suhu kamar). Untuk produk makanan dan minuman seperti campuran kue dan sup, kristal jelly, campuran minuman kering, dan minuman sarapan pagi instan, penggunaan bumbu cair tidak dapat diterapkan. Oleh karena itu, perlu adanya penyajian komponen penyedap dalam bentuk bubuk kering yang *free-flowing*. Hal ini dapat diatasi dengan teknologi

enkapsulasi (Barbosa *et al.*, 2005). Enkapsulasi dengan *spray drying* biasanya menggunakan penyalut gum arab dan dekstrin, tujuannya untuk melindungi senyawa volatile. Selain itu dekstrin juga dapat melindungi stabilitas tekstur selama proses pengeringan dengan *spray drying*.

Penggunaan kombinasi gum arab dan dekstrin lebih meningkatkan sifat fisik, kimia dan organoleptik dibanding hanya menggunakan gum arab saja. Selain itu dengan penggunaan kombinasi gum arab dan dekstrin juga mampu menghasilkan protein yang mampu memenuhi standart SNI dan memiliki kelarutan yang tinggi yaitu diatas 90% (Sutardi *et al.*, 2010). Dekstrin tersusun atas larutan glukosa yang dapat mengikat air, sehingga oksigen yang larut dapat dikurangi, akibatnya proses oksidasi dapat dicegah. Dekstrin memiliki sifat yang larut dalam air, lebih stabil terhadap suhu panas sehingga dapat melindungi senyawa volatile dan senyawa yang peka terhadap panas atau oksidasi (Fennema, 1995).

Di dalam rumput laut *Sargassum cristaefolium* diduga mengandung senyawa bioaktif golongan flavonoid dan tannin, di mana flavonoid merupakan golongan terbesar dari senyawa fenol. Berdasarkan hasil pengujian fitokimia menunjukkan bahwa *Sargassum cristaefolium* segar, kering dan “teh” batang daun tidak memiliki kandungan alkaloid. Namun yang dimiliki yakni flavonoid dan tannin dengan terbentuknya warna yang jelas (Hapsari, 2015). Flavonoid adalah suatu kelompok senyawa fenol yang mudah larut dalam air dan cukup stabil dalam pemanasan yang mencapai suhu 100°C selama lebih dari 30 menit (Rumengan *et al.*, 2014). Jenis komponen fenolik yang banyak dijumpai pada rumput laut coklat adalah phlorotanin yang berkisar antara 0,74% sampai 5,06% (Samee *et al.*, 2009).

Proses pelepasan penyalut diatur oleh pengontrolan tingkat kelarutan enkapsulat dan efek yang ditimbulkan oleh pH (Mishra, 2006). pH yang terdapat pada pencernaan manusia pada lambung memiliki pH antara 1,2-3,5, usus dua belas jari 5-6, usus halus dan usus besar memiliki pH antara 6,5-8 (Gad, 2008). Diduga pada salah satu bagian sistem pencernaan tersebut mulai terjadi pelepasan penyalut sehingga senyawa bioaktif yang terkandung didalamnya mudah diketahui selain itu agar enkapsulat ekstrak kasar teh *Sargassum cristaefolium* dapat diserap dan dimanfaatkan oleh tubuh.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dari penelitian ini adalah senyawa bioaktif jenis flavonoid apa yang terkandung dalam enkapsulat ekstrak kasar teh daun alga coklat *Sargassum cristaefolium* tersalut gum arab dan dekstrin dan bagaimana struktur enkapsulat setelah mengalami perlakuan pH?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui jenis senyawa bioaktif flavonoid yang terkandung dalam enkapsulat ekstrak kasar teh daun alga coklat *Sargassum cristaefolium* tersalut gum arab dan dekstrin serta struktur enkapsulat setelah mengalami perlakuan pH.

1.4 Kegunaan Penelitian

Kegunaan penelitian ini adalah untuk memberikan informasi kepada masyarakat, sebagai bahan referensi, masukan dan pengetahuan untuk meningkatkan nilai tambah terhadap hal yang masih berhubungan dengan penelitian ini. Selain itu juga untuk menambah nilai guna enkapsulat ekstrak

kasar teh daun *Sargassum cristaefolium* bagi masyarakat. Bagi mahasiswa atau peneliti sebagai bahan penyempurna penelitian sebelumnya dan sebagai bahan acuan untuk penelitian selanjutnya.

1.5 Waktu dan Tempat

Penelitian dilaksanakan pada bulan Maret 2016 – Juni 2016. Sampel alga coklat jenis *Sargassum cristaefolium* diperoleh dari Pulau Talango, Kabupaten Sumenep, Madura. Proses dilakukan di beberapa laboratorium diantaranya Laboratorium Keamanan Hasil Perikanan, Laboratorium Budidaya Air Tawar Sumber Pasir Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan Universitas Brawijaya, Laboratorium Sediaan Padat Teknologi Farmasi Fakultas Farmasi Universitas Gadjah Mada, Laboratorium Kimia Farmasi Universitas Airlangga Surabaya, Laboratorium Institut Biosains Universitas Brawijaya Malang, Laboratorium Sains Terpadu Universitas Islam Negeri Malang, Laboratorium Mineral dan Material Maju Fakultas MIPA Universitas Negeri Malang dan Pusat Penelitian Kimia LIPI Serpong Tangerang.

2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Alga Coklat *Sargassum cristaefolium*

Sargassum cristaefolium merupakan salah satu jenis alga coklat yang banyak ditemukan di perairan Indonesia. Kelompok ini merupakan komoditi laut yang tumbuh dan berkembang di sepanjang pantai pulau- pulau di Indonesia. Pertumbuhan kelompok ini dapat membentuk padang rumput laut coklat yang cukup luas terutama pada pantai dengan dasar lempengan karang mati. Sampai saat ini pemanfaatan *Sargassum cristaefolium* masih kurang, bahkan di beberapa daerah tidak dimanfaatkan sama sekali (Tambunan *et al.*, 2013). *Sargassum* sp juga mengandung senyawa antioksidan sebagai penangkal radikal bebas yang berupa senyawa polifenol (flavonoid dan florotanin) dan fukosantin pada *Sargassum* sp. (Aulanni'am *et al*, 2011). Adapun gambar *Sargassum cristaefolium* dan daun *Sargassum cristaefolium* berturut- turut dapat dilihat pada Gambar 1 dan Gambar 2.



Gambar 1. *Sargassum cristaefolium*



Gambar 2. Daun *Sargassum cristaefolium*

2.2 Komposisi Kimia *Sargassum cristaefolium*

Kandungan gizi *Sargassum*, terdiri dari: kadar air (12,37 % b/b), kadar abu (46,19 % b/b), serat (8,37 % b/b), karbohidrat (31,84 % b/b), protein (2,97 % b/b), dan lemak (0,26 % b/b), sedangkan kandungan unsur mikro *Sargassum* adalah: kalium (0,06 %), natrium (3,71 %), kalsium (0,42 %), dan magnesium (0,11 %), (Rachmaniar, 1994). Adapun kadar nutrisi talus *Sargassum cristaefolium* dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Kadar nutrisi talus *Sargassum cristaefolium*

Jenis nutrisi	Rata-rata kadar (% , b/b)	Keterangan
Protein	5,19 ± 0,13	Berat basah
Abu dan mineral		
• Abu (mineral)	36,93 ± 0,34	Berat kering
• Ca (mg/100 g)	1540,66 ± 6,99	Berat kering
• Fe (mg/100 g)	132,65 ± 3,47	Berat kering
• P (mg/100 g)	474,03 ± 1,01	Berat kering
Vitamin A (µg RE/100 g)	489,55 ± 8,4	Berat kering
Vitamin C (mg/100 g)	49,01 ± 0,75	Berat kering
Lemak (% , b/b)	1,63 ± 0,01	Berat kering
Alginate		
• Kadar (% , b/b)	37,91 ± 0,34	Berat kering
• Warna	Kuning kecoklatan	Berat kering
• pH	6,86 ± 0,005	Berat kering
• Ukuran partikel	150 mesh	Berat kering

Sumber: Handayani *et al.*, (2004)

2.3 Senyawa Bioaktif *Sargassum cristaefolium*.

Senyawa bioaktif merupakan suatu senyawa yang terdapat pada antioksidan alami yang berasal dari tumbuhan. Terdapat dua senyawa bioaktif pada rumput laut yakni metabolit primer dan metabolit sekunder (Nofiani, 2008). Menurut penelitian Risjani dan Kenty (2009), senyawa pada ekstrak *Sargassum cristaefolium* adalah golongan flavonoid.

Senyawa flavonoid dilaporkan mempunyai berbagai aktivitas farmakologis seperti: antinflamasi, antioksidan, antibakteri dll. Senyawa ini tersebar pada tumbuhan baik tingkat rendah maupun tingkat tinggi pada hamper setiap bagian tanaman (Mun'im, 2005). Flavonoid menurut Mahmood *et al.* (2010), terdiri dari enam kelas yaitu isoflavan, antosianidin, flavanol, flavanon, flavon dan flavonol. Adapun macam-macam dari flavonoid dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Macam-macam Flavonoid

Flavonoid	Contoh
Flavanol	EGCG, EG, ECG dan Katekin
Flavonol	Kaemferol dan <i>Quercetin</i>
Antosianidin	Malvidin, Sianidin, dan Delphinidin
Flavon	Apigenin dan Rutin
Flavonon	Mirisetin
Isoflavan	Genistein dan Biochanin A

Sumber: Mahmood *et al.*, (2010).

Berdasarkan hasil skrining fitokimia yang dilakukan oleh Hapsari (2015), pada batang daun Alga Coklat *Sargassum cristaefolium* dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil Skrining Fitokimia Batang Daun Alga Coklat *Sargassum cristaeifolium*

Uji Fitokimia	Pereaksi	Hasil			Keterangan
		Segar	Kering	Teh	
Alkaloid	Wagner	-	-	-	Terbentuk endapan merah atau coklat
	Mayer	-	-	-	Terdapat endapan putih kekuningan
	Dragendrof	-	-	-	Terdapat endapan merah / jingga
Flavonoid	H ₂ SO ₄	++	+	+	Terbentuk warna hijau kebiruan
Tanin	FeCl ₃ 1%	++	+	+	Terbentuk warna hitam kehijauan
Saponin	-	-	-	-	Terbentuk busa

Keterangan

++ = warna lebih jelas / endapan lebih banyak

+ = warna kurang jelas / endapan lebih sedikit

- = tidak menunjukkan senyawa fitokimia

Senyawa fenol adalah kelompok senyawa kimia yang ditemukan pada tanaman. Ciri khas dari senyawa ini yaitu memiliki gugus fenol pada molekulnya serta berperan dalam memberi warna pada tumbuhan seperti warna daun saat musim gugur. Sejumlah penelitian pada tanaman obat dilaporkan bahwa banyak tanaman obat yang mengandung fenol dalam jumlah besar. Flavonoid dikelompokkan dalam 9 kelas yaitu antosianin, proantosianin, flafonol, flafon, glikon flafon, biflavonil, halkon dan aurone, flafonon serta isoflavon (Harborne 1987).

2.4 Teh Alga Coklat

Teh merupakan salah satu minuman populer yang memiliki banyak manfaat bagi kesehatan tubuh. Hal ini banyak disebabkan karena teh mengandung senyawa bermanfaat seperti polifenol, tehofilin, flavonoid, tannin, vitamin C dan E, katekin serta sejumlah mineral seperti Zn, Se, Mo, Ge, Mg (Majid dan Nurkholis, 2010).

Teh merupakan minuman yang sangat populer dan banyak dikonsumsi masyarakat luas. Teh juga memiliki beberapa macam jenis antara lain yaitu teh hijau, teh oolong, teh hitam. Teh hijau adalah teh yang dalam proses pembuatannya tidak mengalami fermentasi, melainkan melalui pemanasan (udara panas) dan penguapan. Teh oolong adalah teh yang mengalami semi fermentasi yaitu diproses melalui pemanasan daun dalam waktu singkat setelah penggulungan. Sedangkan teh hitam adalah teh yang pada proses pembuatannya dengan atau mengalami fermentasi penuh. Perbedaan pengolahan menimbulkan adanya perbedaan yang cukup berarti dalam kandungan zat aktifnya terutama polifenol. Daun teh hijau memiliki kandungan polifenol tertinggi, lalu teh oolong kemudian teh hitam (Widyaningrum, 2013).

Rumput laut *Sargassum* dapat diolah menjadi suatu produk teh rumput laut salah satunya yaitu teh, yang merupakan produk herbal efisien dan bernilai ekonomis. Karena rumput laut coklat *Sargassum* sp. dengan kandungan bahan alginat, iodine dan gluronat yang dapat membuang zat – zat sisa dalam tubuh, seperti lemak dan sel – sel mati akibat radikal bebas. Manfaat lain yang dihasilkan dari minuman the herbal yaitu dapat memberikan rasa segar, memulihkan kesehatan badan dan terbukti tidak menimbulkan dampak negatif pada kesehatan. Khasiat yang ditimbulkan oleh minuman the berasal dari kandungan senyawa bioaktif yang terdapat di dalam daun the tersebut (Firdhayani, 2010).

Minuman teh telah dikenal lebih dari 4000 tahun di Cina. Tradisi pengobatan Cina telah merekomendasikan minuman teh hijau sebagai minuman untuk mencegah dan mengobati berbagai penyakit, termasuk penyakit sakit kepala dan saluran pencernaan. Minum teh juga dipercaya dapat memperbaiki

fungsi imun, membantu detoksifikasi, dan memperpanjang umur. Oleh karena itu diversifikasi produk teh dapat dilakukan untuk meningkatkan gizi dan senyawa yang terkandung agar memiliki nilai tambah dari segi rasa maupun manfaat dalam menjaga kesehatan (Damayanthi *et al.*, 2008). Ditambahkan oleh La Vecchia *et al.* (1992), teh memiliki khasiat kesehatan karena mengandung zat bioaktif yang disebut polifenol. Pengolahan teh di Indonesia sendiri memerlukan bahan dasar berupa daun teh segar melalui tahapan proses pelayuan, penggilingan, fermentasi, pengeringan dan sortasi. Tujuan dari proses pembuatan teh tersebut ialah mengubah kondisi fisik dan komposisi kimia teh segar secara terkendali sehingga diperoleh hasil olahan berupa bubuk teh kering yang memiliki sifat-sifat yang dikehendaki seperti kenampakan bubuk, warna air seduhan, aroma, serta warna ampas seduhanya. Proses pembuatan teh tahap pertama adalah teh yang sudah dipilih selanjutnya dimulai tahap pelayuan (*withening*).

2.5 Ekstraksi

Proses ekstraksi merupakan isolasi senyawa yang terdapat dalam campuran larutan atau campuran padat dengan menggunakan pelarut yang cocok. Proses ekstraksi senyawa antioksidan dapat dilakukan dengan dua cara, yaitu *aqueous phase* dan *organic phase*. Ekstraksi *aqueous phase* dilakukan dengan pelarut air, sedangkan ekstraksi *organic phase* menggunakan pelarut organik. Prinsip kelarutan yaitu polar melarutkan senyawa polar, pelarut semi polar melarutkan senyawa semi polar, dan pelarut non polar melarutkan senyawa non polar (Harborne, 1987).

Ekstraksi adalah suatu proses pemisahan atau penarikan keluar suatu bahan dari campurannya dengan menggunakan pelarut yang sesuai (Mukhriani,

2014). Pemilihan metode ekstraksi sangat penting untuk dilakukan karena hasil dari ekstraksi akan mencerminkan tingkat keberhasilan metode tersebut dalam mengeluarkan senyawa dari matriks bahan ke dalam media (pelarut) melalui pengujian kuantitatif (Salas, 2010).

2.6 Enkapsulasi

Enkapsulasi adalah proses atau teknik untuk menyalut inti yang berupa suatu senyawa aktif padat, cair, gas, ataupun sel dengan suatu bahan pelindung tertentu yang dapat mengurangi kerusakan senyawa aktif tersebut. Material inti yang dilindungi disebut *core* dan struktur yang dibentuk oleh bahan pelindung yang menyelimuti inti disebut sebagai dinding, membran, atau kapsul (Kailasapathy, 2002).

Bahan yang dikapsul, kecuali *active agent*, disebut sebagai *core/inti/isi/fase internal*, sedangkan bahan yang mengkapsul disebut *coating / membrane / 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. Ditambahkan oleh Usmiati *et al.* (2015), bahwa proses atau teknik untuk menyalut inti yang berupa suatu senyawa aktif baik itu padat, cair, gas, ataupun dengan suatu bahan untuk melindungi senyawa tertentu agar dapat mengurangi kerusakan senyawa aktif.

Teknologi untuk enkapsulasi bahan aktif dapat diklasifikasikan menjadi dua, yaitu proses mekanik (*emulsifikasi, spray-drying, freeze-drying, fluidized-bed coating, ekstruksi sentrifugal, spinning disk*, ekstruksi bertekanan dan *hot melt extrusion*) dan kimia (*gelatinisasi ion, complex coacervation*) (Silvia *et al.*, 2016). *Spray dryer* menurut Arwizet (2009), adalah suatu metode untuk mengeluarkan

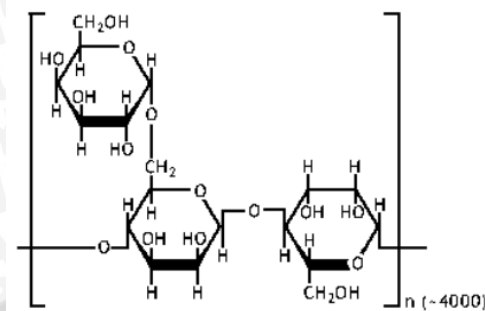
atau menghilangkan sebagian air dari suatu bahan dengan menggunakan energi panas pengeringan dengan merubah cairan yang akan dikeringkan menjadi butiran kecil menggunakan alat pembutiran dan menggunakan panas yang dialirkan ke dalam sebuah ruang pengering (tabung), dengan roda berputar yang mengatur butiran dan *nozzle* bertekanan sehingga menjadi bubuk kering.

Bila dibandingkan dengan jenis alat pengering lain, pengering semprot ini memiliki beberapa kelebihanannya antara lain yaitu: produk akan menjadi kering tanpa bersentuhan dengan permukaan logam panas, suhu produk rendah meskipun suhu udara pengering yang digunakan cukup tinggi, penguapan air terjadi pada permukaan yang sangat luas sehingga waktu yang dibutuhkan untuk pengeringan hanya beberapa detik saja, produk akhir yang dihasilkan berbentuk bubuk yang stabil sehingga memudahkan dalam penanganan dan transportasi (Spincer, 1979)

2.7 Bahan Penyalut

2.7.1 Gum Arab

Gum arab akan membentuk larutan yang tidak begitu kental dan tidak membentuk gel pada kepekatan yang biasa digunakan (paling tinggi 50%). Gum arab mempunyai gugus arabinogalactan protein (AGP) dan glikoprotein (GP) yang berperan sebagai pengemulsi dan pengental (Gaonkar, 1995). Struktur Kimia Gum Arab ditujukan pada Gambar 4.



Gambar 3. Struktur Kimia Gum Arab (Prabandari, 2011)

Gum arab banyak digunakan untuk keperluan industri seperti stabilizer, pengental, pengemulsi dan *encapsulating* dalam industri makanan, dan pada tingkat lebih rendah dalam industri tekstil, keramik, litografi, kosmetik dan industri farmasi. Dalam industri makanan, gum arab terutama digunakan dalam kembang gula, roti, susu, minuman dan sebagai agen *microencapsulating* (Verbeek, 2012). Gum arab mempunyai sifat mudah larut dalam air tetapi kemampuan meningkatkan viskositasnya rendah. Gum arab mempunyai sifat sedikit asam (pH 4,5 - 5,5) dan membentuk larutan yang stabil pada kondisi pH 5,0 - 7,0 (Nugroho *et al.*, 2006).

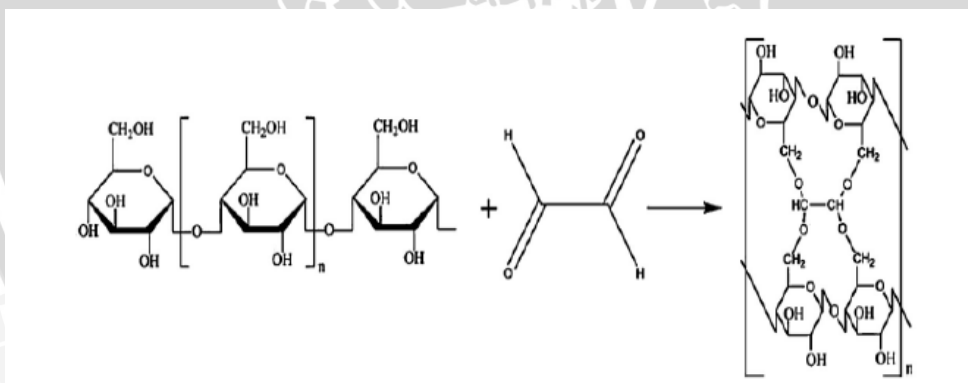
Gum arab dapat diaplikasikan sebagai *binding agent* dalam bahan pangan dan bahan obat. Karena gum arab bersifat emulsifier dan memiliki struktur kimia yang lebih kompleks, yaitu terdiri dari D-galaktosa, L-arabinosa, asam D-glukoronat dan L-rhamnosa. Sehingga bahan yang telah diproses dengan penambahan gum arab akan mudah dilarutkan dalam air dan minyak (Hakim dan Chamidah, 2013).

2.8.2 Dekstrin

Dekstrin merupakan hasil hidrolisis pati menjadi gula oleh panas, asam atau enzim. Proses ini melibatkan alkali dan oksidator, Pengurangan panjang

rantai tersebut akan menyebabkan perubahan sifat dimana pati yang tidak mudah larut dalam air diubah menjadi dekstrin yang mudah larut. Dekstrin bersifat sangat larut dalam air panas atau dingin, dengan viskositas yang relatif rendah. Sifat tersebut mempermudah penggunaan dekstrin apabila digunakan dalam konsentrasi yang cukup tinggi (Lineback dan Inglet, 1982).

Dekstrin merupakan sumber utama karbohidrat dalam makanan lewat saluran (tube feeding). Cairan glukosa dalam hal ini merupakan campuran dekstrin, maltose, glukosa dan air. Karena molekulnya lebih besar dari sukrosa dan glukosa, dekstrin mempunyai pengaruh osmolar lebih kecil sehingga tidak menimbulkan diare. Pati yang dipanaskan secara kering (dibakar) seperti halnya proses memebakar roti akan menghasilkan daya larut dan kemanisannya. Oleh karena itu, dekstrin kelbih manis daripada pari dengan daya larut lebih tinggi dan lebih mudah dicernakan (Almatsier, 2001). Struktur kimia dekstrin dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 4. Struktur Kimia Dekstrin (Manchun *et al.*, 2014)

Dekstrin adalah produk hasil hidrolisa tidak sempurna dari pati dengan katalis enzim. Dekstrin adalah glukosa yang terdiri dari polimer sakarida dengan ikatan α -1,4 D-glucose, memiliki rumus yang sama dengan pati tetapi lebih kecil dan sedikit kompleks. Polisakarida ini diproduksi dengan hidrolisa pati, yang dapat dicapai dengan bantuan enzim. Berdasarkan cara pembuatannya, dekstrin

dikelompokkan menjadi dekstrin putih, dekstrin kuning, *British Gum*, dan dekstrin *Schardinger* atau siklodekstrin. Dekstrin dapat diproduksi dengan tiga macam proses pembuatan, yaitu proses pembuatan secara enzimatis, proses pembuatan secara basah dan proses pembuatan secara kering (Pudiastuti dan Pratiwi, 2013).

Dekstrin merupakan polisakarida yang berupa produk intermediate dari proses hidrolisis pati baik dengan bantuan pemanasan, penggunaan asam, dan penggunaan enzyme. Untuk penggunaan secara komersil dalam industri dekstrin di produksi dengan cara pemanasan pati kering atau dengan menggunakan katalisator asam untuk menghasilkan bubuk dekstrin yang tak berwarna, tak berasa, tak berbau, yang jika di campurkan dengan air akan menjadi bahan perekat pasta yang kuat (Perwitasari dan Anton, 2009).

2.8 Analisa Struktur Enkapsulat dan Senyawa Bioaktif

2.8.1 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Scanning Electron Microscopy (SEM) merupakan sejenis mikroskop yang menggunakan elektron sebagai pengganti cahaya untuk melihat benda dengan resolusi tinggi. Analisis SEM bermanfaat untuk mengetahui mikrostruktur (termasuk porositas dan bentuk retakan) benda padat. Berkas sinar elektron dihasilkan dari filamen yang dipanaskan, disebut electron gun. Sistem penyinaran dan lensa pada SEM sama dengan mikroskop cahaya biasa (Gunawan dan Citra, 1979).

Scanning Electron Microscopy (SEM) merupakan mikroskop elektron yang dapat digunakan untuk mengamati morfologi permukaan dalam skala mikro dan nano. Teknik analisis SEM menggunakan elektron sebagai sumber pencitraan dan medan elektromagnetik sebagai lensanya (Rianita *et al.*, 2016).

SEM dapat menghasilkan gambar resolusi sangat tinggi dari permukaan spesimen, menghasilkan ukuran yang detailnya kurang dari 1 nm. Karena berkas elektron sangat sempit, gambar SEM memiliki kedalaman yang dapat menghasilkan tampilan karakteristik tiga-dimensi yang berguna untuk mengetahui struktur permukaan spesimen. SEM memungkinkan beberapa perbesaran, dari sekitar 10 kali (sekitar setara dengan lensa tangan) sampai lebih dari 500.000 kali perbesaran atau sekitar 250 kali kemampuan perbesaran mikroskop optik (Nugroho *et al.*, 2013).

2.8.2 Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

KLT merupakan bentuk kromatografi planar, selain kromatografi kertas dan elektroforesis. Berbeda dengan kromatografi kolom yang mana fase diamnya diisikan atau dikemas di dalamnya, pada kromatografi lapis tipis, fase diamnya berupa lapisan yang seragam (*uniform*) pada permukaan bidang datar yang didukung oleh lempeng kaca, pelat aluminium atau pelat plastic. Meskipun demikian kromatografi planar ini dapat dikatakan sebagai bentuk terbuka dari kromatografi kolom. Fase gerak yang dikenal sebagai pelarut pengembang akan bergerak sepanjang fase diam karena pengaruh kapiler pada pengembangan secara menaik atau karena pengaruh gravitasi pada pengembangan secara menurun (Gandjar, 2007).

Prinsip dari metode KLT adalah mengetahui tingkat kemurnian senyawa hasil isolasi. Identifikasi awal untuk mengetahui kandungan senyawa bioaktif adalah dengan menggunakan KLT. KLT merupakan salah satu contoh kromatografi serapan. Fase diam berbentuk lapis tipis yang melekat pada gelas kaca atau plastik, aluminium sedangkan fase gerak berupa campuran pelarut dengan perbandingan tertentu (Sastrohamidjojo, 2001).

2.8.3 Spektrofotometer UV-Vis

Prinsip spektrofotometer UV-Vis yaitu penyerapan sinar di daerah ultraviolet dan sinar tampak (visible). Spektrofotometer UV-Visible adalah alat yang umum digunakan di laboratorium kimia. Alat ini biasanya digunakan untuk analisa kimia kuantitatif, namun dapat juga digunakan untuk analisa kimia semi kualitatif. Prinsip kerja spektrofotometer UV-Vis didasarkan pada fenomena penyerapan sinar oleh spesi kimia/gugus tertentu di daerah ultra lembayung (ultra violet) dan sinar tampak (visible) (Huda, 2001).

Spektrofotometer sangat berhubungan dengan pengukuran jauhnya pengabsorbansian energi cahaya oleh suatu sistem kimia sebagai fungsi panjang gelombang dengan absorbansi maksimum dari suatu unsur atau senyawa. Spektrum absorbansi selain bergantung pada sifat dasar kimia, juga bergantung pada faktor-faktor lain. Perubahan pelarut sering menghasilkan pergeseran dari pola absorbansi (Day dan Underwood, 1999).

2.8.4 *Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR)*

Menganalisis spectra IR menurut Sitorus (2013), dimulai dari kiri ke kanan atau dari bilangan gelombang yang besar ke kecil. Serapan suatu gugus fungsional biasanya disajikan tidaklah eksak (tunggal) tapi dapat berupa interval bilangan gelombang. Serapan yang spesifik pada spectra IR berdasarkan gugus fungsional diantaranya aromatic, alkena dan alkuna, karbonil, alcohol dan fenol, dan amina. Kelima golongan senyawa tersebut merupakan gugus fungsional utama dan spesifik. Penggunaan istilah melebar dan tajam adalah mengacu pada penampilan fisik dari serapan, sedangkan istilah kuat, medium dan lemah adalah berhubungan dengan tingginya intensitas (%T) .

2.8.5 *Liquid Chromatography Massa Spectrometry (LC-MS)*

LC-MS sangat cocok untuk diaplikasikan dalam laboratorium obat-obatan karena tiga alasan utama (1) Perkembangan metode baru yang secara umum maju dan independen dari industri diagnostik, tanpa kebutuhan untuk mengembangkan analisis antibodi. (2) Analisis dengan ragam yang banyak memungkinkan untuk dikerjakan dengan biaya tertentu yang sangat murah, kisaran analisis yang potensial secara praktis tidak terbatas. (3) Ketika mengaplikasikan prinsip dari standarisasi internal pencelupan isotop, analisis pada level metode pembanding akurasi dapat dilakukan dalam pengaturan laboratorium (Vogeser dan Kirchhoff, 2011).

LC-MS adalah alat yang sangat bermanfaat dalam analisis, keuntungannya adalah mampu memisahkan molekul-molekul dari suatu campuran, mudah dalam pelaksanaannya, kecepatan analisis dan kepekaan yang tinggi, dapat dihindari terjadinya dekomposisi / kerusakan bahan yang dianalisis, memiliki resolusi yang baik, dapat digunakan dengan berbagai macam detektor, kolom dapat digunakan kembali (Handa *et al.*, 2008). Prinsip kerja *Mass Spectrometry* dilakukan oleh molekul pengion yang akan memisahkan dan mengidentifikasi ion berdasarkan mass yang sesuai rasio frgmentasi senyawa. Dua komponen utama dalam proses penetapan kadar LC-MS antara lain sumber ion yang akan menghasilkan ion, analisis massa yang menyeleksi ion, dan CID sebagai pemecah ion precursor menjadi ion produk. Sistem LC-MS umumnya menggunakan beberapa jenis ion source dan mass analyzer yang dapat disesuaikan dengan kepolaran senyawa yang akan dianalisis. Masing-masing ion source dan mass analyzer memiliki kelebihan dan kekurangan sehingga harus disesuaikan dengan jenis informasi yang dibutuhkan (Agilent Technologies, 2001).

3. 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.

3.1.1 Bahan Penelitian

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah alga coklat jenis *Sargassum cristaefolium* yang diperoleh dari perairan Talango, Kabupaten Sumenep, Madura. Bahan – bahan tambahan yang digunakan untuk pembuatan teh *Sargassum cristaefolium* yaitu daun *Sargassum cristaefolium*, kapur (gamping) dan air. Bahan – bahan yang digunakan untuk proses ekstraksi yaitu aquades dan kertas saring *Whatmann* nomor 41 dan 42. Bahan – bahan yang digunakan untuk pengujian KLT yaitu plat silica gel 60 GF₂₅₄ MERCK dan etanol PA. Bahan-bahan yang digunakan untuk proses enkapsulasi yaitu aquades, gum arab dan dekstrin. Bahan - bahan untuk perlakuan pH yaitu dinatrium fosfat (Na_2HPO_4), asam sitrat monohidrat ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$), aquades dan kertas saring *Whatmann* no. 41. Bahan – bahan untuk uji spektrofotometri UV-Vis yaitu natrium fosfat (NaHPO_4), asam sitrat monohidrat ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$), NaNO_2 (Teknis), AlCl_3 , NaOH . Dalam setiap perlakuan juga dibutuhkan bahan-bahan pendukung seperti kertas label, air aluminium foil dan tissue.

3.1.2 Alat Penelitian

Alat – alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu terdiri dari alat untuk pembuatan teh, alat ekstraksi, alat uji total padatan, alat uji KLT, alat enkapsulasi, alat perlakuan pH dan peralatan uji. Alat - alat yang digunakan

untuk pembuatan teh antara lain gunting, nampan, baskom, timbangan digital, pH meter, *beaker glass* 1000 ml, terpal dan oven. Alat - alat yang digunakan untuk ekstraksi antara lain blender merk Philips, ayakan 60 mesh, timbangan digital, gelas ukur 1000 ml, *beaker glass* 1000 ml, corong, waterbath shaker, botol kaca gelap, sentifuge, cuvet, dan. Alat - alat yang digunakan untuk uji KLT antara lain *chamber*, gelas ukur 10 ml, pipa kapiler, penjepit, pensil dan penggaris. Alat – alat yang digunakan untuk proses enkapsulasi antara lain *homogenizer*, *beaker glass* 2000 ml dan 500 ml, *magnetic stirrer*, sendok bahan, corong, gelas ukur 100 ml dan *spray dryer*. Alat – alat yang digunakan untuk perlakuan pH antara lain *beaker glass* 50 ml, corong kaca, gelas ukur 100 ml, timbangan digital, pipet volume, dan bola hisap. Alat untuk pengujian spektrofotometri UV-Vis adalah Carry 50 versi 3,00 dengan $\lambda_{\max}$ 404,0 kecepatan 0,1000, FT-IR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*) dengan merk PerkinElmer, SEM (*Scanning Electron Microscopy*), serta LC-MS (*Liquid Chromatography Massa Spectrometry*).

3.2 Metode Penelitian

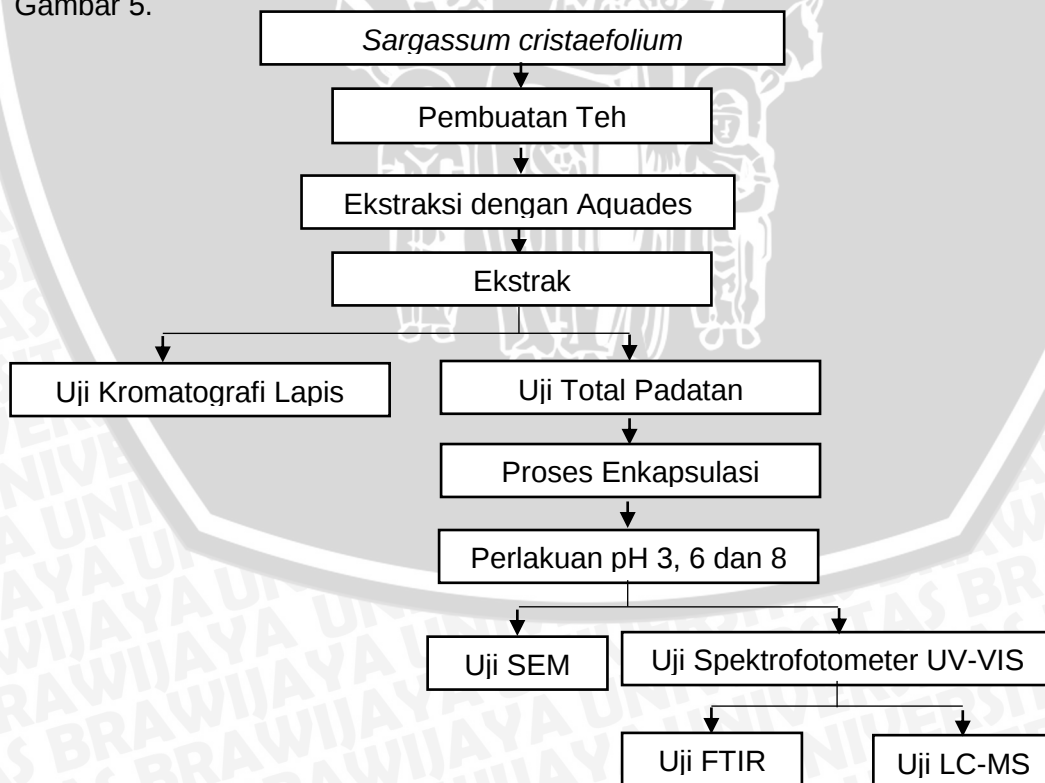
Metode yang digunakan pada penelitian ini adalah metode deskriptif-eksploratif (tanpa hipotesis). Metode deskriptif menurut Sandjaja dan Heriyanto (2006), bertujuan untuk mendeskripsikan gejala-gejala yang terjadi pada masa itu. Selain itu penelitiannya hanya melibatkan satu variable saja. Penelitian deskriptif umumnya tidak hendak menguji hipotesa, melainkan hanya memaparkan suatu obyek apa adanya secara sistematis. Oleh karena tidak menguji hipotesa, maka umumnya pada penelitian ini tidak diperlukan hipotesa. Ditambahkan oleh Syahza (2014), metode eksploratif deskriptif ini merupakan

metode penelitian studi kasus (mempelajari) tanpa memakai hipotesis dan mendeskripsikannya sesuai keadaan sekarang.

Metode deskriptif-eksploratif pada penelitian ini dilakukan untuk mendapatkan kesimpulan tentang pendugaan senyawa bioaktif dari enkapsulat ekstrak kasar teh *Sargassum cristaefolium* tersalut gum arab dan dekstrin pada pH yang berbeda 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*, proses ekstraksi, pengujian total padatan, proses enkapsulasi, perlakuan pH, serta analisis uji dengan prosedur penelitian secara umum dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Prosedur Penelitian

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

Bahan baku yang digunakan yaitu *Sargassum cristaefolium* yang diperoleh dari perairan Talango, Kabupaten Sumenep, Madura. Langkah pertama pada preparasi bahan ini yaitu *Sargassum cristaefolium* diambil daun. Kemudian dicuci dengan air mengalir. Setelah itu daun *Sargassum cristaefolium* direndam dengan larutan kapur ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) selama 4 jam pada pH 11 dengan perbandingan (250 ml air : 1 gram larutan kapur : 12,5 gram sampel) tujuannya untuk menghilangkan bau amis yang masih terdapat pada rumput laut. Setelah itu daun *Sargassum cristaefolium* direndam dalam air tawar selama 24 jam, dimana air diganti pada pagi dan sore hari dengan tujuan untuk menghilangkan sisa kapur yang menempel serta mencegah pengaruh adanya rasa kapur terhadap produk akhir. Perendaman ini secara tidak langsung sebagai proses pencucian lalu ditiriskan. Selanjutnya dikeringkan dengan cara diangin-anginkan pada ruangan yang teduh selama 5-6 hari tujuannya agar tidak terkena sinar matahari secara langsung dan terus menerus dan untuk tetap menjaga kandungan senyawa yang terdapat dalam sampel. Untuk memaksimalkan pengeringan dilakukan proses pengovenan pada suhu 50°C selama ± 30 menit tujuannya agar senyawa flavonoid yang terkandung dalam teh *Sargassum cristaefolium* tidak mengalami kerusakan. Proses pembuatan teh *Sargassum cristaefolium* dapat dilihat pada Lampiran 1.

3.3.2 Proses Ekstraksi Teh Daun *Sargassum cristaefolium* (Wrsiati, 2011 ; Utomo, 2011 ; Yuan et al., 2015 yang telah dimodifikasi)

Proses ekstraksi ini bertujuan untuk memperoleh ekstrak kasar daun *Sargassum cristaefolium* dengan menggunakan satu perlakuan yaitu perlakuan

daun kering. Setelah sampel daun *Sargassum cristaefolium* kering siap, selanjutnya dilakukan proses pembuatan ekstrak kasar daun *Sargassum cristaefolium*. Langkah pertama, sampel daun kering diblender. Penghancuran dengan menggunakan blender ini bertujuan agar ekstrak kasar dari daun *Sargassum cristaefolium* dapat keluar. Sampel yang telah diblender kemudian diayak menggunakan ayakan 60 mesh yang bertujuan untuk memperluas permukaan. Selanjutnya ditimbang sebanyak 5 gram dan ditambahkan aquades sebanyak 200 mL dengan perbandingan 1:40 (b/v) dan dihomogenkan dengan menggunakan *spatula* sampai homogen. Setelah larutan menjadi homogen, lalu dipanaskan pada *waterbath shaker* dengan suhu 70°C selama ± 3 jam, kemudian larutan dimasukkan dalam cuvet dan disentrifuge pada kecepatan 4000 rpm selama ± 10 menit tujuannya untuk memisahkan residu dan supernatant agar mempermudah saat proses penyaringan. Selanjutnya disaring menggunakan kertas saring *Whatmann* no 41 hingga diperoleh ekstrak kasar teh *Sargassum cristaefolium*. Kemudian ekstrak kasar teh disimpan dalam botol kaca dan ditutup dengan aluminium foil yang bertujuan untuk menjaga kualitas dari ekstrak tersebut. Proses ekstraksi teh daun *Sargassum cristaefolium* dapat dilihat pada Lampiran 2.

3.3.3 Uji Kromatografi Lapis Tipis (KLT) (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 *quercetin* (standar) dengan merk *quercetin dihydrate*, masing-masing dilarutkan dalam 2 mL pelarut, sedangkan *chamber* dijenuhkan dengan fase gerak berupa etanol PA 96% sekitar 10 mL dan fase diam 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 tengah garis *start* plat KLT menggunakan pipa kapiler lalu ditunggu sekitar 1 menit untuk memastikan sampel diserap oleh plat. Prosedur pengujian KLT dapat dilihat pada Lampiran 4.

Plat dimasukkan ke dalam *chamber* yang telah jenuh dan terisi oleh fase gerak dengan bagian *start* di bawah 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*, selanjutnya dihitung nilai R_f dengan rumus sebagai berikut.

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

3.3.4 Proses Enkapsulasi (Sugindro, 2008; Anam, 2015 yang telah dimodifikasi)

Proses enkapsulasi ini bertujuan untuk tetap menjaga kandungan senyawa yang terdapat dalam teh daun *Sargassum cristaefolium*. Sebelum proses enkapsulasi terlebih dahulu dilakukan pembuatan bahan penyalut dari gum arab dan dekstrin dengan perbandingan 50:50 (10 gram gum arab : 10 gram dekstrin). Kemudian seluruh bahan penyalut dicampurkan dan dilarutkan dalam aquades sampai volume 100 ml, selanjutnya dihomogenkan menggunakan *homogenizer* selama ± 10 menit dengan kecepatan 5000 rpm sehingga didapatkan larutan penyalut dengan konsentrasi 20%. Setelah itu bahan penyalut ditambahkan 30% ekstrak kasar teh *Sargassum cristaefolium* yang sebelumnya telah diuji total padatannya sehingga didapatkan konsentrasi 30% dari 20%

konsentrasi penyalut yaitu sebanyak 620 ml. Hasil tersebut didapatkan dari perhitungan total padatan yang terdapat pada Lampiran 3. Lalu dihomogenkan dengan menggunakan *homogenizer* selama ± 10 menit dengan kecepatan 5000 rpm. Selanjutnya dilakukan proses pengeringan dengan menggunakan *spray dryer* dengan suhu inlet 150°C dan suhu outlet 70°C sampai didapatkan serbuk enkapsulat ekstrak kasar teh *Sargassum cristaefolium*. Proses enkapsulasi dapat dilihat pada Lampiran 5.

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

Untuk perlakuan pH tahap awal yang harus disiapkan yaitu membuat larutan stok dengan 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 dalam 100 ml aquades. Sedangkan untuk pembuatan larutan stok asam sitrat monohidrat 0,1 M dilakukan dengan melarutkan 2,10 gram asam sitrat monohidrat dalam 100 ml aquades. Prosedur pembuatan larutan buffer pH dapat dilihat pada Lampiran 6. Pembuatan larutan stok ini berdasarkan pada perhitungan sebagai berikut:

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

$$M = \frac{\text{massa Na}_2\text{HPO}_4}{\text{Mr}} \times \frac{1000}{P}$$

$$0,2 \text{ M} = \frac{\text{massa Na}_2\text{HPO}_4}{141,95} \times \frac{1000}{100}$$

$$\text{Massa Na}_2\text{HPO}_4 = 2,84 \text{ gram}$$

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

$$M = \frac{\text{massa } C_6H_8O_7 \cdot H_2O}{Mr} \times \frac{1000}{P}$$

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

$$\text{Massa } C_6H_8O_7 \cdot H_2O = 2,10 \text{ gram}$$

Selanjutnya untuk membuat pH buffer 3, 6 dan 8 dengan mencampurkan larutan dinatrium fosfat 0,2 M dan asam sitrat monohidrat 0,1 M dengan volume yang ditunjukkan pada Tabel 4.

Tabel 4. 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

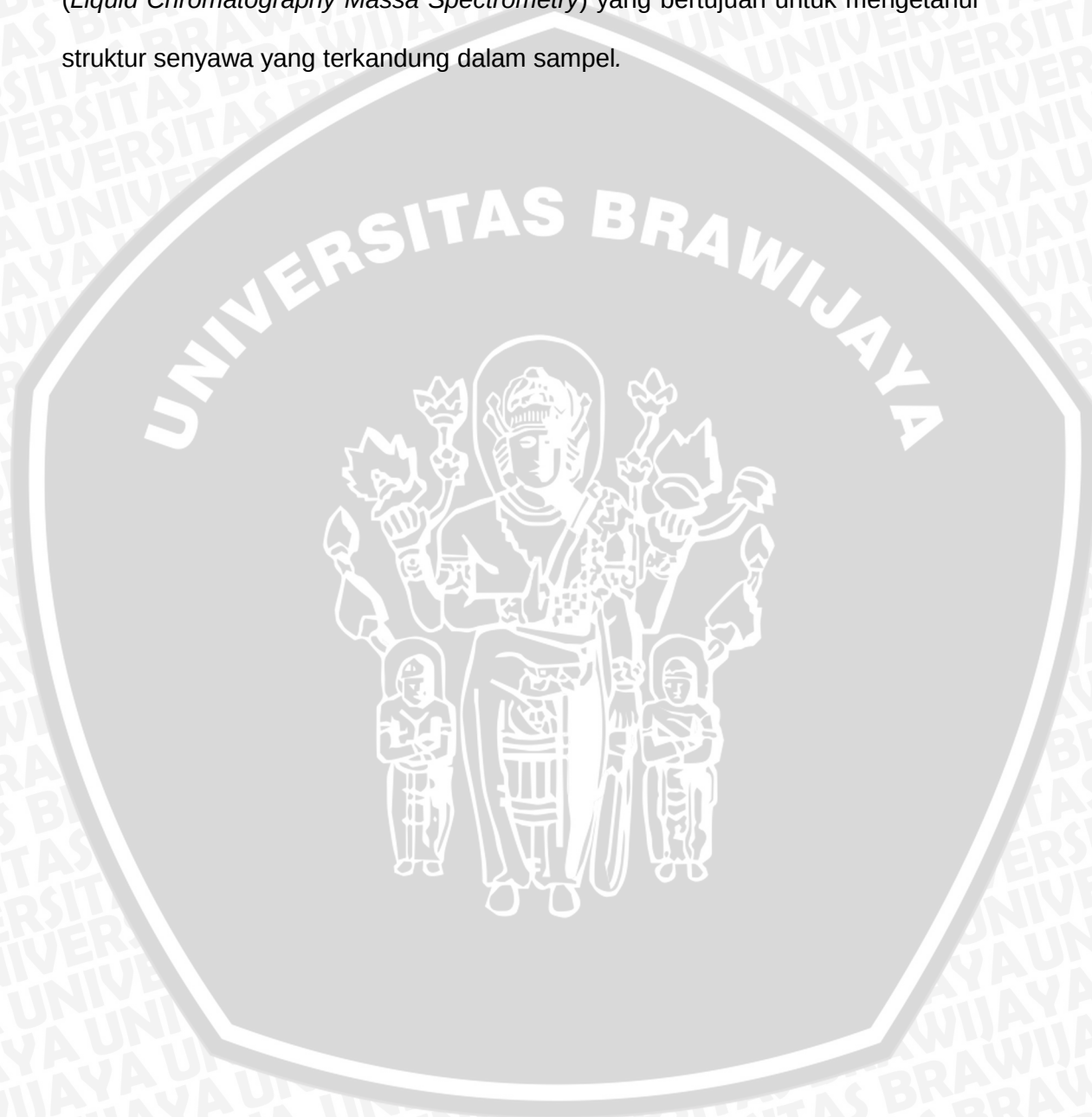
Sumber: Desai *et al.*, (2014)

Setelah larutan buffer siap kemudian sampel hasil *spray* ditimbang sebanyak 6 gram kemudian sampel ditetesi sedikit demi sedikit dengan larutan pH buffer yang telah dibuat sampai sampel terendam. Selanjutnya diamkan selama ± 5 jam. Setelah itu disaring dengan kertas saring *Whatmann* no 42 untuk memisahkan residu dan filtrat sampai terdapat endapan dalam kertas saring. Kemudian endapan tersebut dikeringkan dengan oven suhu 30°C sampai benar-benar kering. Proses perlakuan pH dapat dilihat pada Lampiran 7.

3.4 Parameter Uji

Parameter yang dilakukan adalah parameter kualitatif yaitu berdasarkan data yang diperoleh dari hasil identifikasi fitokimia yang sudah dijelaskan pada latar belakang berupa senyawa flavonoid dan tannin untuk memperkuat hasil tersebut diperlukan pengujian lebih lanjut dengan KLT (*Kromatografi Lapis Tipis*) untuk pendugaan senyawa kualitatif, spektrofotometri UV-Vis, SEM (*Scanning*

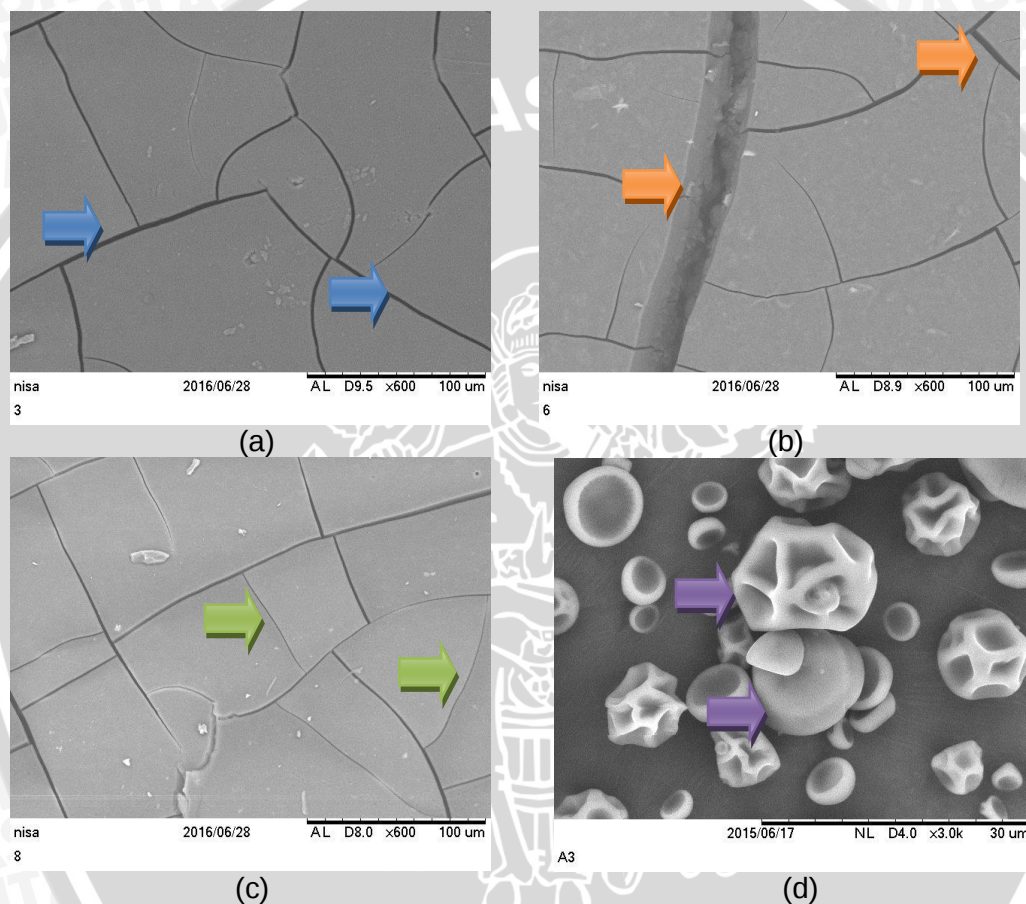
Electron Microscopy) untuk mengetahui keadaan penyalut setelah mengalami perlakuan pH yang berbeda, FT-IR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*) untuk mengetahui gugus fungsional yang dimiliki oleh senyawa dan LC –MS (*Liquid Chromatography Massa Spectrometry*) yang bertujuan untuk mengetahui struktur senyawa yang terkandung dalam sampel.



4. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Scanning Electron Microscopy (SEM)

Hasil dari uji SEM untuk mengetahui struktur permukaan enkapsulat teh *Sargassum cristaefolium* pada perlakuan pH yang berbeda yaitu pH 3, pH 6, dan pH 8 dengan pembesaran 600x. Hasil uji SEM dapat dilihat pada Gambar 6.



Gambar 6. Struktur enkapsulat teh daun *Sargassum cristaefolium* pH 3 (a) pH 6 (b) pH 8 (c) tanpa perlakuan pH (d)

-  Terdapat retakan kecil
-  Terdapat retakan yang lebar
-  Terdapat retakan kecil
-  Halus, tidak terdapat retakan, terdapat cekungan

Berdasarkan hasil pengujian SEM, struktur permukaan penyalut pada pH 3 yang ditunjukkan oleh gambar a memiliki permukaan yang halus dan terlihat ada beberapa retakan di bagian permukaan. Pada pH 6 yang ditunjukkan oleh gambar b terdapat retakan yang terlihat lebih jelas jika dibandingkan dengan struktur permukaan yang lain. Sementara di pH 8 yang ditunjukkan oleh gambar c memiliki permukaan yang agak halus dan terdapat beberapa retakan namun tidak terlalu lebar. Berdasarkan hasil SEM, diduga pada pH asam mendekati netral yakni pada pH 6 pelepasan penyalut gum arab dan dekstrin mulai terjadi. Hal tersebut terbukti dari nilai absorbansi tertinggi terdapat pada pH 6, yang akan dijelaskan pada sub bab berikutnya, karena semakin tinggi nilai absorbansi maka penyalut akan semakin pecah hal tersebut dapat dilihat dari hasil uji SEM.

Pada pH 6 merupakan perlakuan terbaik dalam pelepasan penyalut dengan struktur permukaan karena terdapat retakan yang terlihat lebih jelas dan permukaan yang halus, hal tersebut sesuai dengan pendapat dari Srifianan *et al.* (2014), yang menyatakan bahwa mikrokapsul yang dibuat dengan menggunakan metode semprot kering akan mempunyai bentuk yang hampir *spheris*, berlekuk dengan lapisan penyalut yang rata dan halus.

Penggunaan bahan penyalut berupa gum arab dan dekstrin pada proses enkapsulasi ekstrak kasar teh *Sargassum cristaefolium* merupakan polimer yang berasal dari polisakarida. Gum arab merupakan campuran kompleks dari variabel oligosakarida arabinogalaktan, polisakarida dan glikoprotein (Tranggono *et al.*, 1991). Dekstrin adalah glukosa yang terdiri dari polimer sakarida dengan ikatan α -1,4 D-*glucose*, memiliki rumus yang sama dengan pati tetapi lebih kecil dan sedikit kompleks (Pudiasuti dan Pratiwi, 2013)

Diharapkan dengan penggunaan kombinasi penyalut gum arab dan dekstrin dapat melindungi kandungan senyawa flavonoid dalam bahan. Gum arab dan

dekstrin yang memiliki sifat yang hampir sama yakni stabil pada pH asam. Kedua penyalut tersebut stabil pada suasana asam sehingga apabila asam bertemu dengan asam akan menjadi asam kuat, kemungkinan untuk ketidakstabilan (kerusakan) komponen bahan penyalut dapat terjadi pada suasana asam lemah dengan pH 6. Hal tersebut dilihat dari sifat kedua penyalut itu sendiri dimana keduanya stabil dalam suasana asam kuat. Selain itu bisa disebabkan karena struktur keduanya yang tidak seimbang, sehingga pecah pada pH 6. Secara umum gum arab dan dekstrin memiliki sifat yang hampir sama. Menurut Kumalasari (2001), gum arab memiliki viskositas yang lebih tinggi dibandingkan dekstrin dan gum arab itu sendiri merupakan bahan pengikat yang baik. Namun pada konsentrasi yang tinggi gum arab sulit tersebar secara merata dalam air, sehingga akan terbentuk gumpalan dalam air. Sedangkan dekstrin mudah larut dalam air, walaupun penggunaannya dalam konsentrasi yang tinggi.

Sedangkan pada pH 3 enkapsulat tersebut tidak dapat rusak (pecah), karena sifat dari kedua penyalut yang sama-sama asam dan akan membentuk asam kuat. Hal tersebut dikarenakan OH^- dari dekstrin berikatan dengan H^+ dari gum arab sehingga membentuk H_2O . Pada pH 3 gum arab yang banyak memiliki gugus H^+ akan mengemulsi dekstrin sehingga tidak dapat pecah, sedangkan pada pH 8 dekstrin menyeimbangi gum arab sehingga tidak pecah.

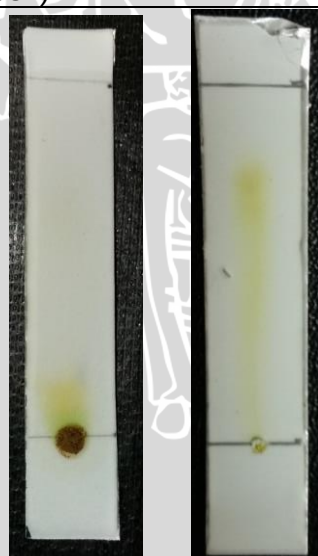
Pada pH 6 bahan penyalut tersebut rusak dan pecah, hal tersebut diduga karena adanya ikatan glikosidik antara 2 penyalut. Menurut Deman (1997) ikatan glikosidik terhidrolisis oleh asam atau enzim tetapi stabil pada pH basa. Sehingga pada pH 6 terjadi putusya ikatan oksigen dan hydrogen

4.2 Pendugaan Senyawa Bioaktif

Hasil enkapsulasi teh *Sargassum cristaefolium* yang tersalut gum arab dan dekstrin selanjutnya dianalisa komponen senyawa flavonoid yang terkandung di dalamnya dengan menggunakan uji KLT, spektrofotometri UV-Vis, FT-IR dan LC-MS untuk menguatkan hasil dari penelitian sebelumnya. Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan oleh Hapsari (2015), bahwa *Sargassum cristaefolium* baik dalam keadaan segar, kering maupun teh positif mengandung flavonoid, berdasarkan pernyataan tersebut saya menggunakan standard *quercetin* sebagai pembanding dalam uji KLT karena *quercetin* termasuk dalam macam flavonoid yakni golongan flavonol. Hasil KLT dapat dilihat pada Tabel 5. Dan Gambar 7.

Tabel 5. Nilai Rf dari KLT

Sampel	Rf (x100)
Ekstrak <i>Sargassum cristaefolium</i>	17, 14
<i>Quercetin</i>	80
<i>Quercetin</i> (Harborne, 1987)	76



(a)

(b)

Gambar 7. Hasil Kromatografi Lapis Tipis (a) Sampel (b) *Quercetin*

Uji Kromatografi Lapis Tipis ini digunakan sebagai penguat data, dengan membandingkan nilai Rf sampel dan nilai Rf standar senyawa dugaan yaitu

quercetin (Perhitungan nilai Rf dapat dilihat pada Lampiran 13). Berdasarkan Hasil Uji Kromatografi Lapis Tipis (KLT) pada Tabel 5 didapatkan nilai Rf yang tidak sama antara nilai Rf sampel dan nilai Rf *quercetin*, hal tersebut dikarenakan sampel terlalu cair karena pelarut yang digunakan yakni pelarut aquades. Menurut Harborne (1987), dalam pengujian KLT pengembang yang mengandung air biasanya tidak akan naik dengan sempurna dan hanya menunjukkan bercak noda diawal tempat sampel diletakan. Terdapat bercak noda berwarna kuning pada plat menunjukkan bahwa sampel termasuk dalam golongan flavonoid, hal tersebut didukung oleh Wagner et al., (2015), yang menyatakan bahwa senyawa golongan flavonoid akan menunjukkan bercak noda berupa flouresen hijau dan kuning.

Sampel enkapsulat ekstrak kasar teh daun *Sargassum cristaefolium* dengan pH yang berbeda tersebut dilakukan pengujian menggunakan Spektrofotometri UV-Vis pada $\lambda_{\max}$ 404 nm. Panjang gelombang tersebut didasarkan pada hasil uji panjang gelombang absorbansi maksimum dari standart *quercetin* dapat dilihat pada Lampiran 14 dan Lampiran 15. Hasil perhitungan total flavonoid sampel dapat dilihat pada Lampiran 16. Hasil absorbansi sampel dan total flavonoid dapat dilihat pada Tabel 6.

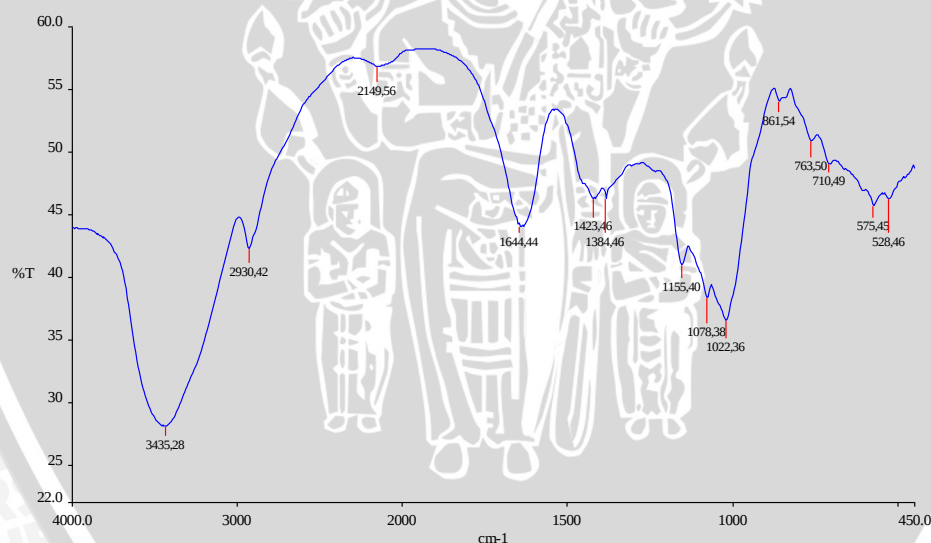
Tabel 6. Nilai Absorbansi Spektrofotometri UV-Vis dan Total Flavonoid

Perlakuan	Rerata Absorbansi	Total Flavonoid (mg / ml)
pH 3	0.0591	0.2527
pH 6	0.0782	0.3312
pH 8	0.0510	0.2202

Berdasarkan hasil uji spektrofotometri UV-Vis pada Tabel 6, didapatkan nilai absorbansi tertinggi pada sampel pH 6. Kemudian pH 3 dan pH 8 memiliki nilai absorbansi terendah. Hasil tersebut akan berkaitan dengan hasil uji SEM yang telah dijelaskan pada sub bab sebelumnya bahwa pada pH 6 diduga enkapsulat yang menyalut pecah sehingga senyawa pada enkapsulat keluar dari penyalutnya.

Menurut Purnomo *et al.*, (2014), keretakan pada mikrokapsul dapat memacu tingkat pelepasan dari suatu bahan aktif, sehingga akan didapatkan nilai absorbansi tertinggi dan total flavonoid terbanyak.

Penggunaan penyalut gum arab dan dekstrin juga mempengaruhi hasil dari absorbansi tersebut, karena gum arab dapat stabil dalam larutan asam yakni sehingga pada pH asam mendekati netral yakni pH 6 diduga penyalut sudah terlepas. Berdasarkan hasil uji spektrofotometri UV-Vis, sampel yang mengalami pelepasan senyawa flavonoid paling banyak dilakukan uji spektrum menggunakan FT-IR untuk mengetahui gugus fungsional yang terdapat dalam enkapsulat ekstrak kasar teh daun *Sargassum cristaefolium*. Hasil analisa FT-IR dan gugus-gugus fungsional yang diduga terdapat dalam enakpsulat ekstrak kasar teh daun *Sargassum cristaefolium* dan *quercetin* dapat dilihat pada Gambar 8 dan Tabel 7.



Gambar 8. Spektrum FT-IR enkapsulat ekstrak kasar teh *Sargassum cristaefolium* pada pH 6.

Tabel 7. Gugus fungsional pita serapan FT-IR

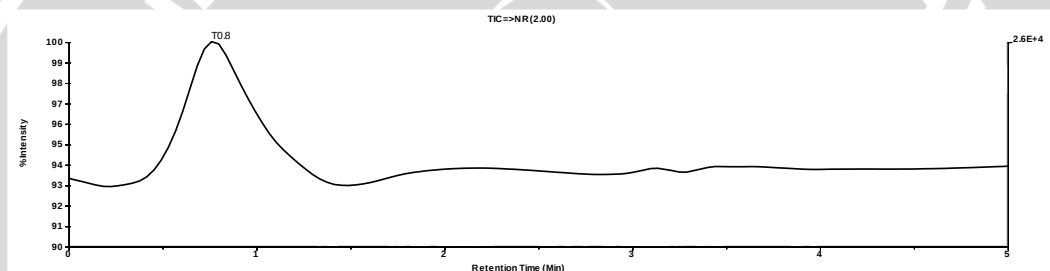
Sampel			Quercetin		
Gugus Dugaan	Daerah serapan (cm ⁻¹)		Gugus Dugaan	Daerah serapan (cm ⁻¹)	
	Williams and Fleming	Hasil		Williams and Fleming	Hasil
Alkohol O-H	3600-3200	3435	Alkohol O-H	3600-3100	3404-3130

Ulur	1410-1260	1384	Ulur	1410-1260	1408-1265
Alkil	2960-2850	2930	Alkil	2960-2850	2910
C-H			C-H		
Ulur	1470-1430	1423	Ulur	1470-1430	1450
Keton	1655-1635	1644	Keton	1690-1660	1666
C=O			C=O		
Aromatik	1680-1620	1644	Aromatik	1600-1500	1612-1523
C=C			C=C		
Ulur	770-735	763	Ulur	900-680	825-680
Eter	1300-1050	1155-	Eter	1300-1050	1199-1170
C-O		1078	C-O		

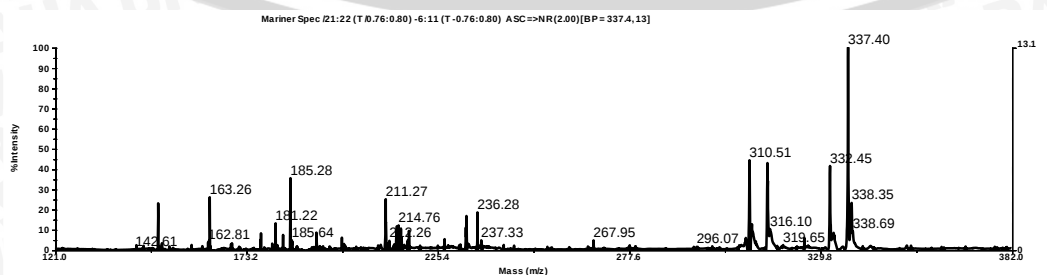
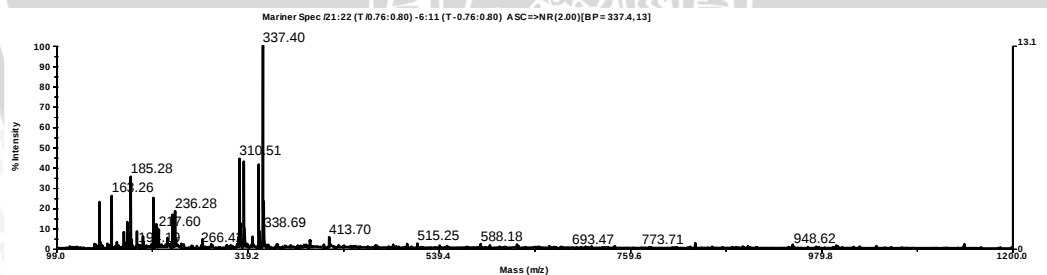
Berdasarkan spectrum IR yang ditunjukkan pada Gambar 8 dan Tabel 7 memberikan informasi bahwa puncak serapan gugus hidroksil pada bilangan gelombang 3435 cm^{-1} gugus hidroksil ini merupakan regangan O-H. Adanya gugus hidroksil tersebut diperkuat dengan munculnya ulur O-H pada bilangan gelombang 1384 cm^{-1} . Pita serapan pada bilangan gelombang 2930 cm^{-1} menunjukkan regangan C-H alkil. Adanya gugus tersebut diperkuat dengan munculnya ulur C-H pada bilangan gelombang 1423 cm^{-1} . Adanya regang C=O dari senyawa keton ditunjukkan oleh pita serapan pada bilangan gelombang 1644 cm^{-1} . Adanya regangan C=C dari senyawa aromatik ditunjukkan oleh pita serapan pada bilangan gelombang 1644 cm^{-1} . Adanya gugus tersebut diperkuat dengan munculnya ulur C=C pada bilangan gelombang 763 cm^{-1} . Pada bilangan gelombang $1155\text{--}1078\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan regangan C-O dari senyawa eter. Dapat disimpulkan bahwa daerah serapan tersebut tidak berbeda jauh dengan daerah serapan dan gugus fungsional pada *quercetin*. Senyawa fenol mempunyai ciri sama yaitu cincin aromatik yang mengandung satu atau dua gugus hidroksil (Rumengan *et al.*, 2014). senyawa aromatik adalah senyawa hidrokarbon dengan ikatan tunggal dan ikatan rangkap diantara atom-atom karbonnya.

Selanjutnya dilakukan analisis untuk menemukan profil senyawa dan berat molekul yang terdapat pada enkapsulat ekstrak kasar teh daun *Sargassum cristaefolium* dengan menggunakan uji LC-MS. Analisis LC-MS dilakukan dengan

menggunakan sebuah *Mariner Biospectrometry* yang dilengkapi dengan pompa biner. HPLC dihubungkan dengan spektrometer massa yang dilengkapi dengan sumber ESI (*Electrospray Ionisation*). Modus full scan dari 100-1200 m/z dilakukan dengan sumber suhu 140°C. Menggunakan pelarut metanol (MeOH), dengan menginjeksi sampel sebanyak 2 µL, pelarut yang digunakan pada laju alir total 0,051 mL/menit. Pelarut berjalan dengan elusi isokratik selama 30 menit. Ionisasi metode ESI positif akan menghasilkan ion molekuler dengan penambahan kation. Hasil uji LC-MS tersebut menunjukkan 1 puncak waktu yaitu 0,8 menit. Pola spektrum LC-MS dapat dilihat pada Gambar 9.



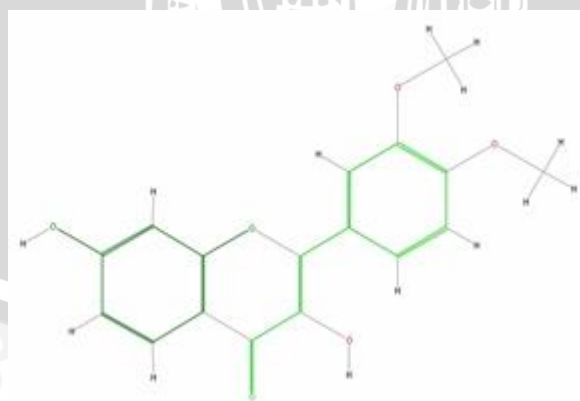
(a)



(b)

Gambar 9. (a) Spektrum LC (b) Spektrum MS, enkapsulat ekstrak kasar teh *Sargassum cristaefolium* pada pH 6.

Dari hasil spectrum LC-MS berupa kromatogram yang ditunjukkan dengan suatu grafik dengan beberapa peak yang ada diduga fragmentasi senyawa dengan berat molekul sebesar 337,40 m/z yang berada pada puncak bilangan gelombang antara 329,8 cm^{-1} sampai 382,0 cm^{-1} kemudian dilakukan penembakan dengan M+Na sehingga didapatkan senyawa dengan berat molekul 314,4 m/z. Berdasarkan penelusuran berat molekul golongan flavonoid pada *massbank*, senyawa dengan berat molekul 314 m/z diduga adalah senyawa flavonoid turunan dari *quercetin* yaitu 3,7-Dihidroksi-3',4'-dimetoksiflavin dengan rumus kimia $\text{C}_{17}\text{H}_{14}\text{O}_6$. Senyawa tersebut juga memiliki gugus-gugus fungsional yang ditujukan oleh hasil FT-IR yaitu senyawa OH, C-H, C=O, C=C pada sub bab sebelumnya. Struktur 3,7-Dihidroksi-3',4'-dimetoksiflavin dengan rumus kimia $\text{C}_{17}\text{H}_{14}\text{O}_6$ dapat dilihat pada Gambar 10.



Gambar 10. Struktur 3,7-Dihidroksi-3',4'-dimetoksiflavin dengan rumus kimia $\text{C}_{17}\text{H}_{14}\text{O}_6$

Sumber: *Cuthbertson*, 2012

Jika dilihat dari perhitungan pecahan ion molekul $C_{17}H_{14}O_6$ dengan massa senyawa 314 didapatkan perhitungan sebagai berikut:

$$H = 1,007825$$

$$C = 12,000000$$

$$O = 15,994915$$

$$\text{Perhitungan} = C_{17}H_{14}O_6$$

$$= 17 \times 12,0$$

$$= 204,00000$$

$$= 14 \times 1,007825$$

$$= 14,10955$$

$$= 6 \times 15,994915$$

$$= 95,96949 +$$

$$= 314,079$$

Pecahan ion molekul tersebut jika dijumlah menghasilkan berat molekul sebesar 314,079 m/z.



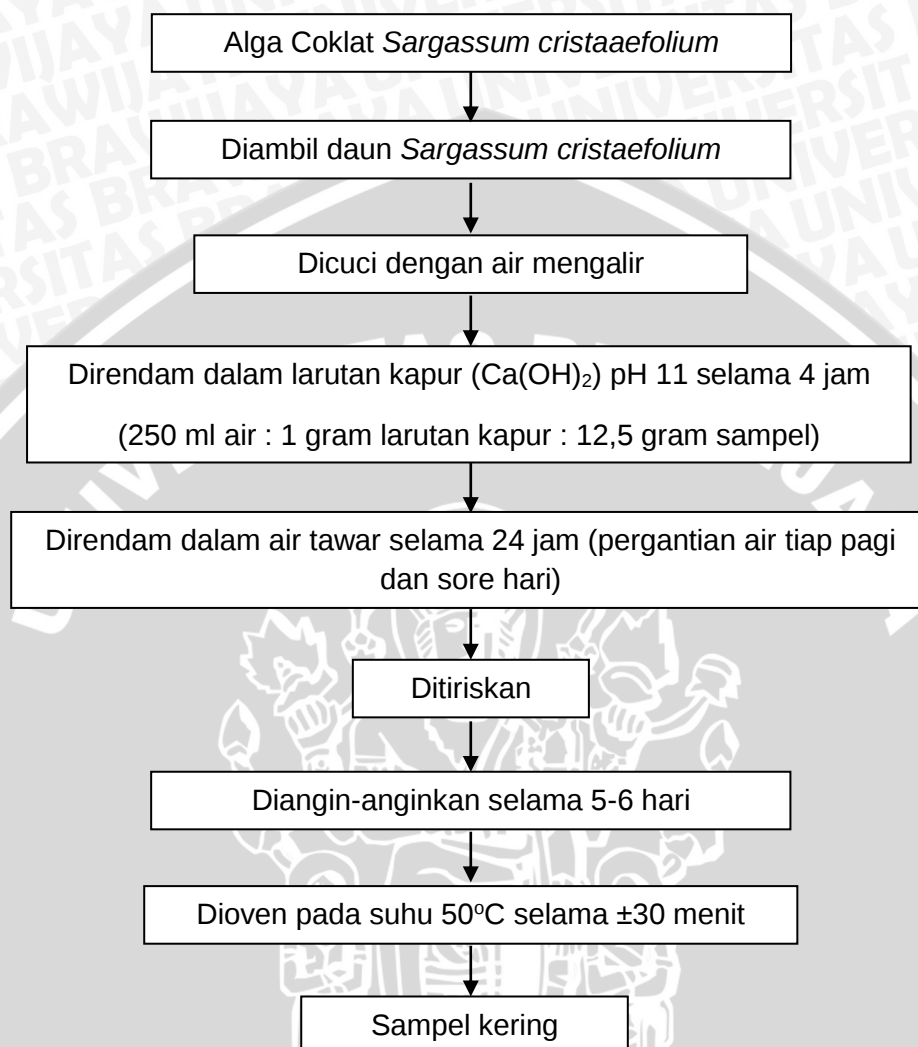
5. PENUTUP

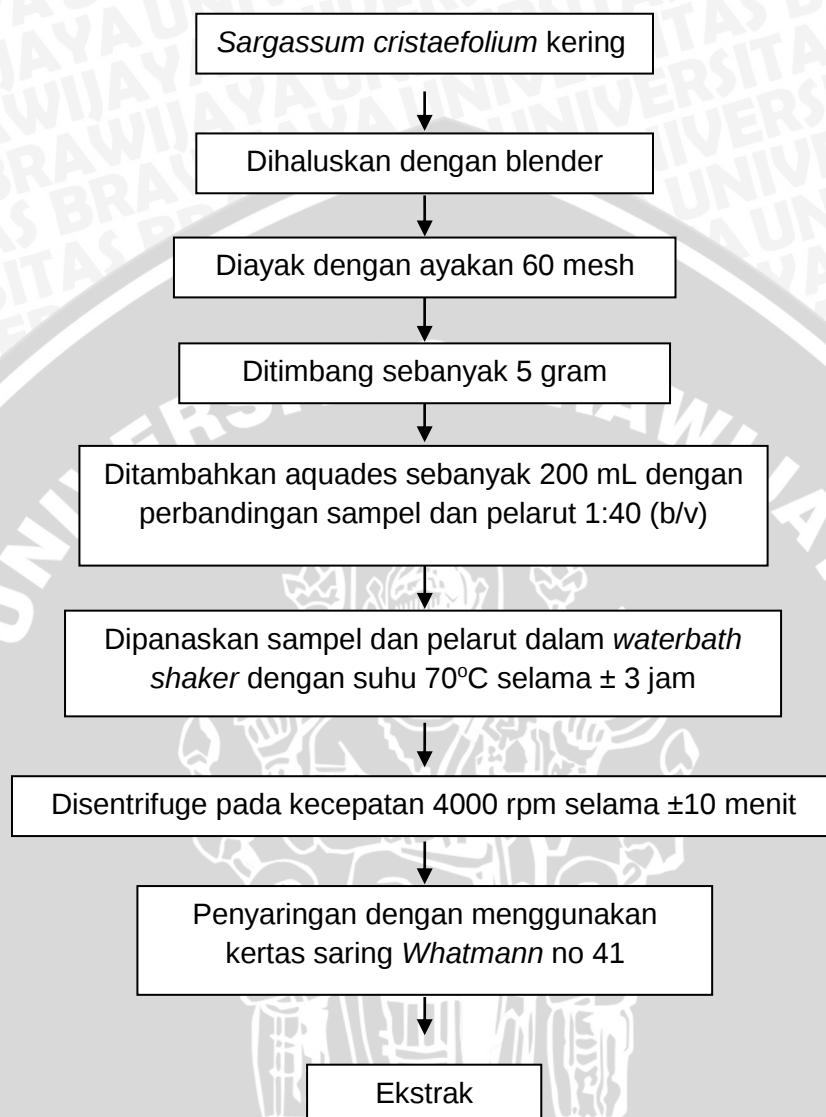
5.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian diduga ekstrak kasar teh daun *Sargassum cristaefolium* yang tersalut gum arab dan desktrin mengeluarkan senyawa bioaktifnya pada pH 6 dan memiliki kandungan senyawa bioaktif golongan flavonoid turunan dari *quercetin* yaitu 3,7-Dihidroksi-3',4'-dimetoksiflavin dengan rumus kimia $C_{17}H_{14}O_6$. Berdasarkan pengujian SEM diduga pecah dan Hasil identifikasi senyawa dengan KLT, spektrofotometri UV-Vis, FT-IR, dan LC-MS terhadap sampel tersebut menunjukkan bahwa terdapat noda warna kuning yang di duga *quercetin*, terdapat pada serapan $\lambda_{\max}$ 404 nm, dengan berat molekul senyawa dugaan sebesar 314 m/z (Rt 0,8) serta gugus-gugus yang terdeteksi antara lain O-H, C-O, C=C, C-H dan C=O. Dengan demikian, enkapsulat ekstrak kasar teh daun *Sargassum cristaefolium* diduga mengandung senyawa flavonoid

5.2 Saran

Disarankan untuk melakukan penelitian lebih lanjut dengan ekstrak kasar teh daun *Sargassum cristaefolium* yang telah difraksinasi/dimurnikan dan identifikasi dengan analisis LC-MS/MS atau NMR sehingga diketahui struktur senyawa secara mutlak.

Lampiran 1. Proses Pembuatan Teh *Sargassum cristaefolium* Kering

Lampiran 2. Proses Ekstraksi Teh Daun *Sargassum cristaefolium*

Lampiran 3. Hasil Uji Total Padatan

48



LABORATORIUM PENGUJIAN MUTU DAN KEAMANAN PANGAN (TESTING LABORATORY OF FOOD QUALITY AND FOOD SAFETY)

JURUSAN TEKNOLOGI HASIL PERTANIAN
FAKULTAS TEKNOLOGI PERTANIAN
UNIVERSITAS BRAWIJAYA

Jl. Veteran, Malang 65145, Telp. (0341) 573358

E-mail : labujiipangan_thpub@yahoo.com

KEPADA : Sandi Santoso
FPIK - UB
MALANG

LAPORAN HASIL UJI REPORT OF ANALYSIS

Nomor / Number : 0292/THP/LAB/2016
Nomor Analisis / Analysis Number : 0292
Tanggal penerbitan / Date of issue : 21 April 2016
Yang bertanda tangan di bawah ini menerangkan, bahwa hasil pengujian
The undersigned ratifies that examination
Dari contoh / of the sample (s) of : **EKSTRAK RUMPUT LAUT**
Untuk analisis / For analysis :
Keterangan contoh / Description of sample :
Diambil dari / Taken from :
Oleh / By :
Tanggal penerimaan contoh / Received : 13 April 2016
Tanggal pelaksanaan analisis / Date of analysis : 13 April 2016

Hasil adalah sebagai berikut / Resulted as follows :

PARAMETER	HASIL
TPT (%BRIX)	0,20
TOTAL PADATAN (%)	0,44

HASIL PENGUJIAN INI HANYA BERLAKU UNTUK
CONTOH-CONTOH TERSEBUT DI ATAS. PENGAMBIL
CONTOH BERTANGGUNG JAWAB ATAS KEBENARAN
TANDING BARANG

Ketua,

Dr. Widya Dwi Rukmi P., STP, MP
NIP. 19700504 199903 2 002

Jadi, diketahui total padatan sebesar 0,44% dari 2 gram sampel atau 2,2 ml ekstrak

Total padatan per ml didapatkan $0,44\% = \frac{0,44}{100} \times 2,2 = 0,00968$ gram / ml

Total padatan yang dibutuhkan untuk enkapsulasi yaitu 30% dari 20%
konsentrasi larutan penyalut = $\frac{30}{100} \times 20 = 6$ gram

Volume ekstrak yang dibutuhkan untuk 6 gram total padatan = $\frac{6}{0,00968} = 620$ ml

Lampiran 4. Uji Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

Ekstrak kasar teh daun *Sargassum cristaefolium*

Diambil ekstrak dengan pipa kapiler

Sampel ditotolkan pada plat ditengah garis strat

Didiamkan selama 1 menit

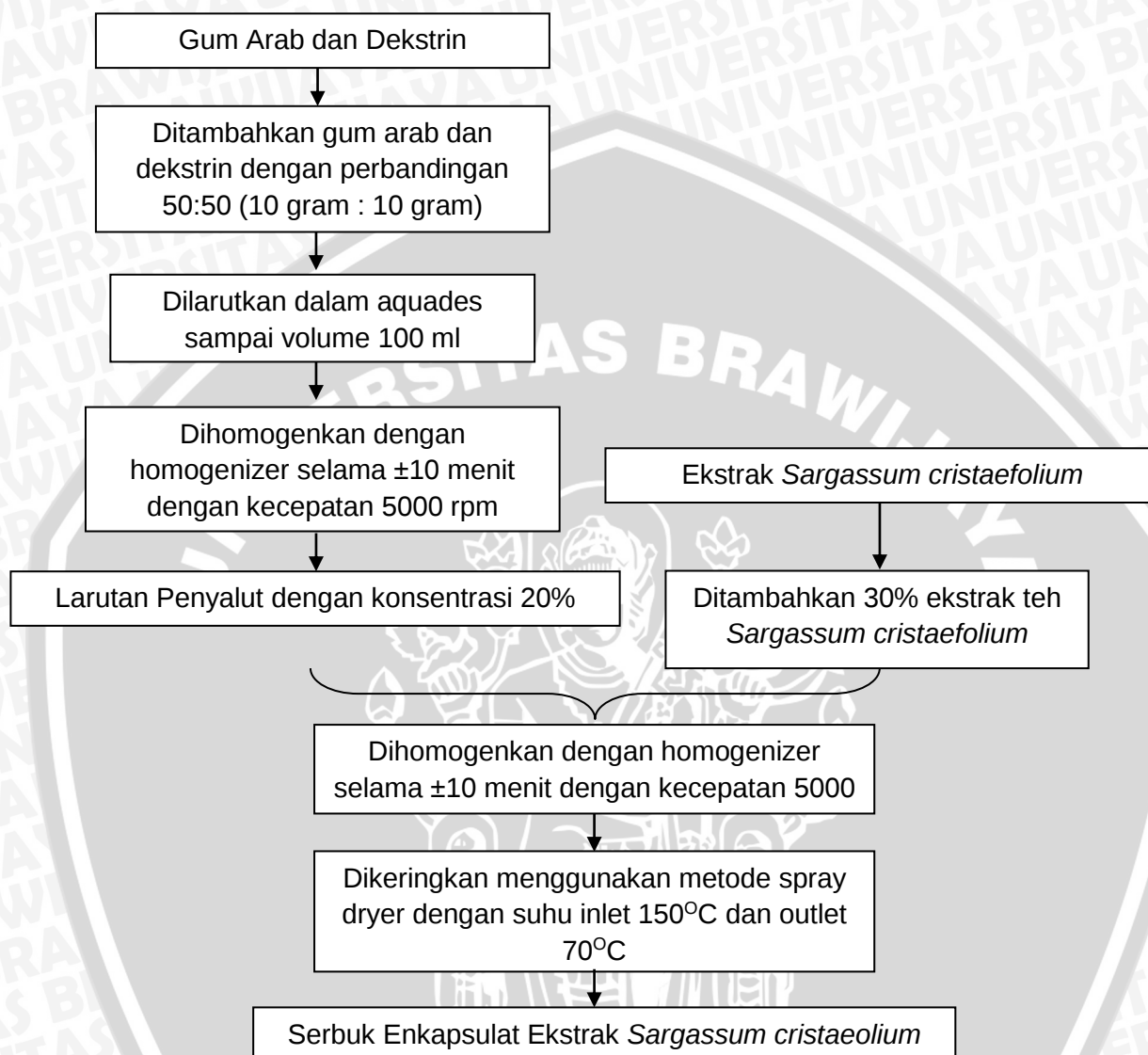
Plat dimasukkan dalam chamber yang berisi etanol

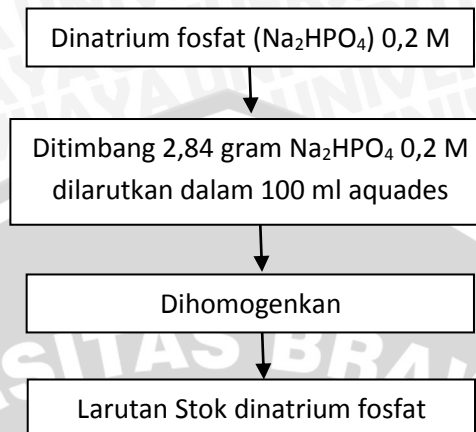
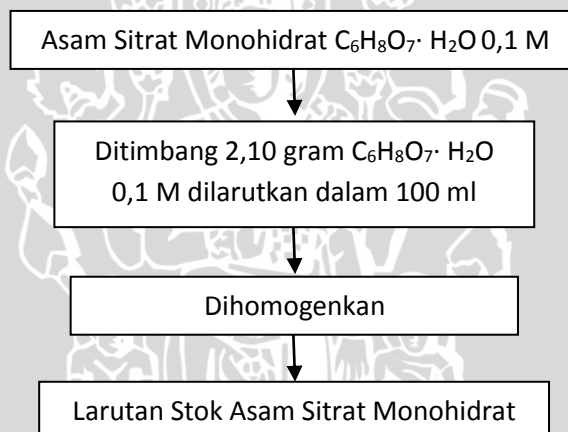
Dibiarkan sampai fase gerak mencapai garis finish

Dlukur panjang noda yang terbawa

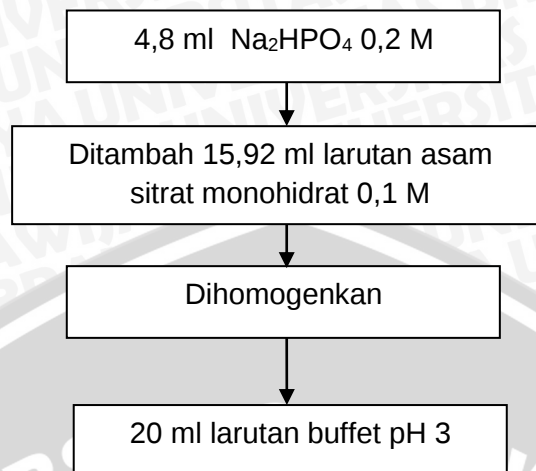
Hasil

Lampiran 5. Proses Enkapsulasi Teh *Sargassum cristaefolium*

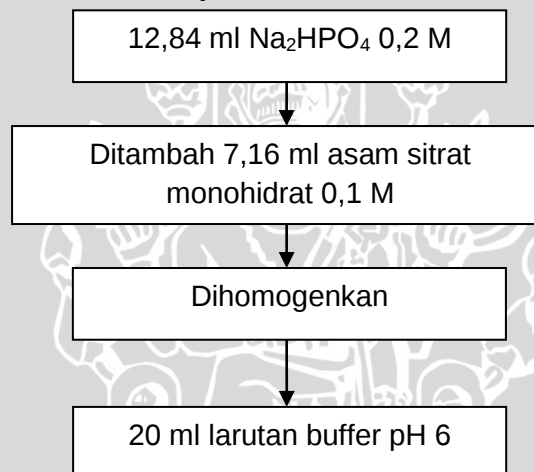


Lampiran 6. Prosedur Pembuatan Larutan Buffer pH**- Pembuatan larutan stok dinatrium fosfat****- Pembuatan larutan stok Asam Sitrat Monohidrat**

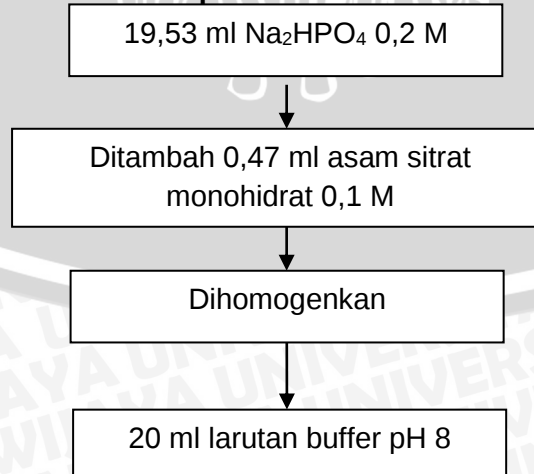
- **Pembuatan larutan buffer ph 3**



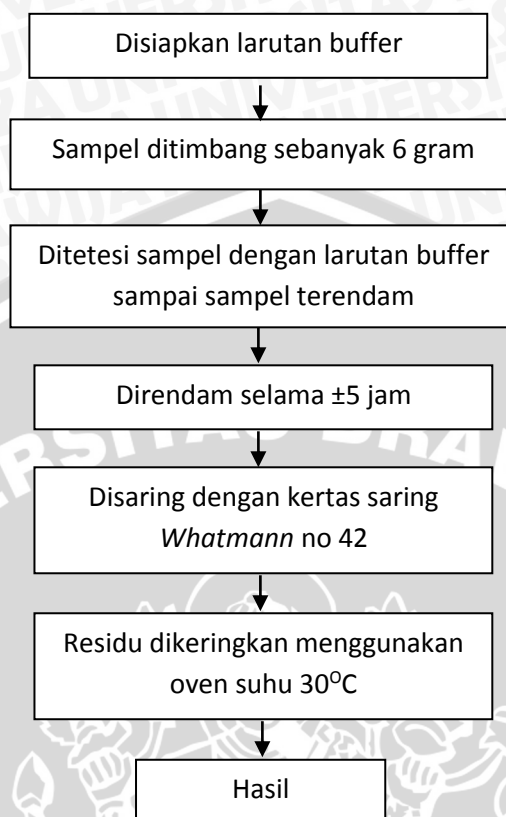
- **Pembuatan larutan buffer ph 6**



- **Pembuatan larutan buffer ph 8**



Lampiran 7. Proses Perlakuan pH



Lampiran 8. Foto Proses Pembuatan Teh Daun *Sargassum cristaefolium* Kering



Keterangan:

1. *Sargassum cristaefolium*
2. Pemisahan daun
3. Pencucian dengan air mengalir
4. Perendaman dalam larutan kapur
5. Perendaman dengan air
6. *Sargassum cristaefolium* di tiriskan
7. *Sargassum cristaefolium* diangin-anginkan
8. Di oven dengan suhu 50°C
9. Didapatkan sampel rumput laut kering

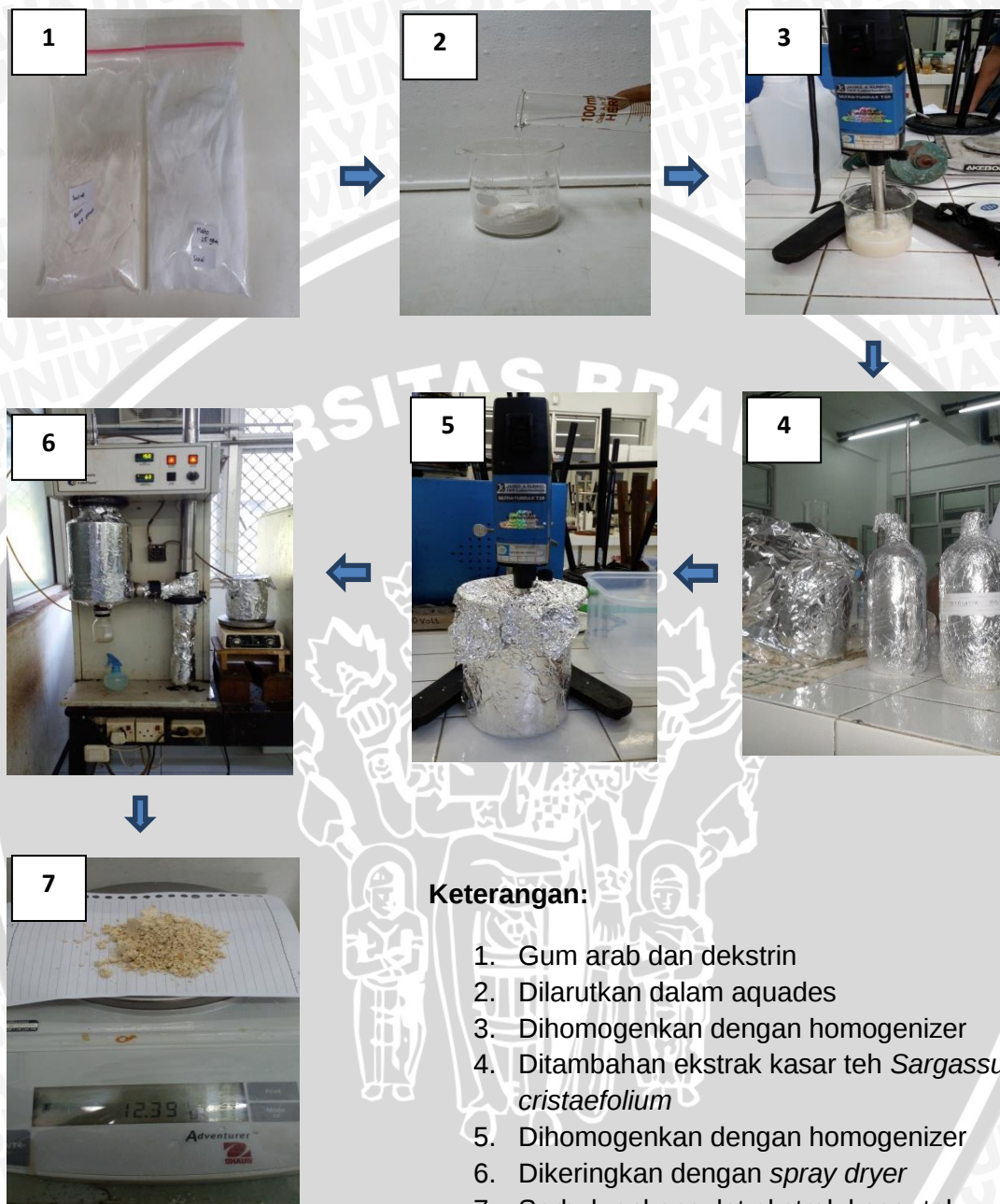
Lampiran 9. Foto Proses Ekstraksi Teh Daun *Sargassum cristaefolium*



Keterangan:

1. The *Sargassum cristaefolium* kering
2. Dihaluskan dengan blender
3. Diayak dengan ayakan 60 mesh
4. Penimbangan
5. Penambahan aquades
6. Dipanaskan dalam *waterbath shaker*
7. Disentrifuge
8. Penyaringan dengan kertas *Whatmann*
9. Ekstrak kasar teh daun *Sargassum cristaefolium*

Lampiran 10. Foto Proses Enkapsulasi Teh Daun *Sargassum cristaefolium*



Keterangan:

1. Gum arab dan dekstrin
2. Dilarutkan dalam aquades
3. Dihomogenkan dengan homogenizer
4. Ditambahkan ekstrak kasar teh *Sargassum cristaefolium*
5. Dihomogenkan dengan homogenizer
6. Dikeringkan dengan *spray dryer*
7. Serbuk enkapsulat ekstrak kasar teh daun *Sargassum cristaefolium*

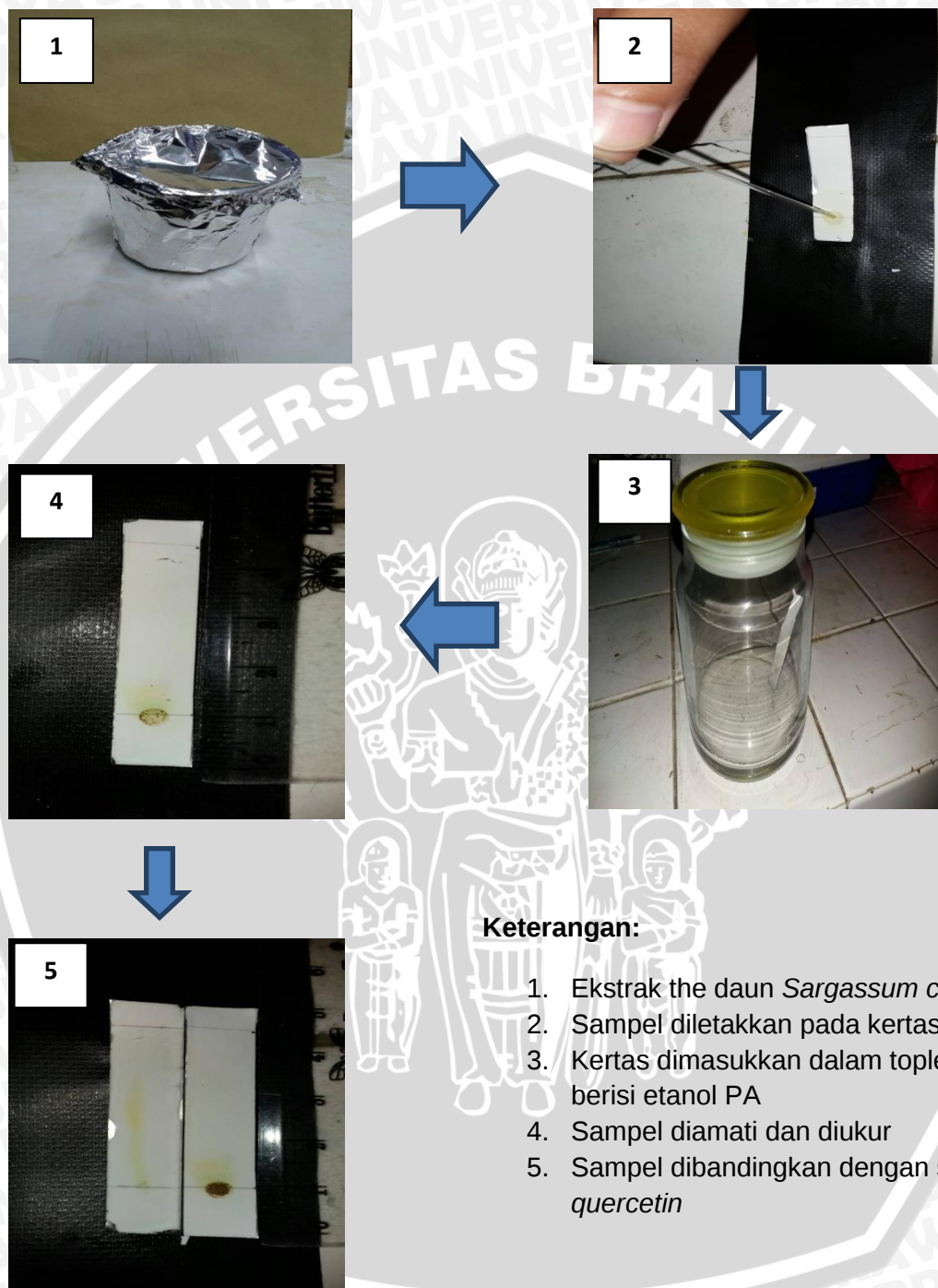
Lampiran 11. Foto Prosedur Perlakuan pH



Keterangan:

1. Disiapkan larutan buffer
2. Penimbangan sampel
3. Sampel ditetesi larutan buffer
4. Perendaman selama ± 5 jam
5. Disaring sengan kertas saring *Whatmann* no 41
6. Residu dikeringkan menggunakan oven suhu 30°C
7. Hasil

Lampiran 12. Foto Proses Pengujian KLT



Lampiran 13. Perhitungan Nilai Rf

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

$$= \frac{6}{3,5}$$

$$= 0,1714$$

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

$$= 0,8$$

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



Lampiran 14. Pengujian Panjang Gelombang Maksimum Kuersetin

60

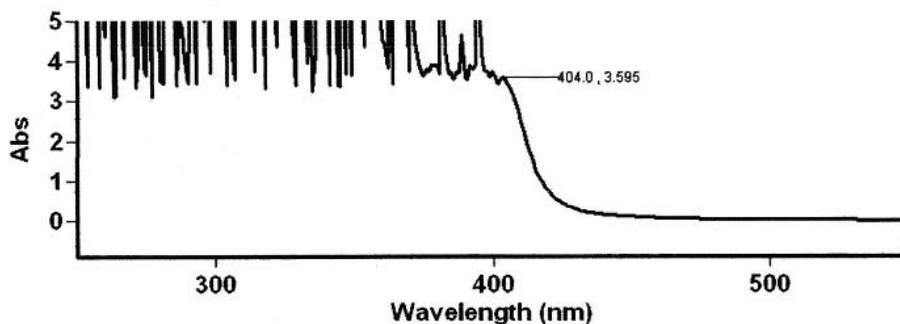
5/18/2016

Laboratorium Kimia – Fakultas Saintek

Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang

Lamda 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\Lamda 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

Peak Threshold

Range

Peaks

0.0100

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

Wavelength (nm)	Abs
211.1	3.769
208.1	4.126
204.0	3.862

Lampiran 15. Kurva Standart Kuersetin

61

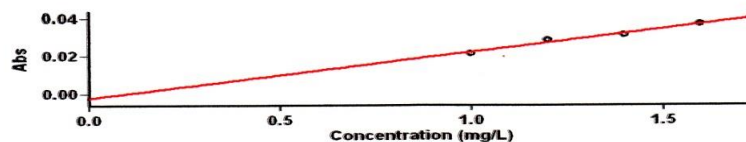
9/1/2016

Laboratorium Kimia – FakultasSaintek

Universitas Islam NegeriMaulana Malik Ibrahim Malang

Kurva Baku Quercetin Konsentrasi 1.0-1,6 ppm

Tanggal Analisa : 31 Agustus 2016



Concentration Analysis Report

Report time 8/31/2016 8:18:12 AM
 Method
 Batch name D:\Layanan Analisa\UB\FitriaTahta A\Kurva
 Standar Quercetin lppm -1.6 ppm (31-08-2016)
 Application Concentration 3.00(339)
 Operator Susi

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 R² 0.95000
 Concentration units mg/L

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.1270)	404.0

Calibration

Collection time 8/31/2016 8:19:11 AM

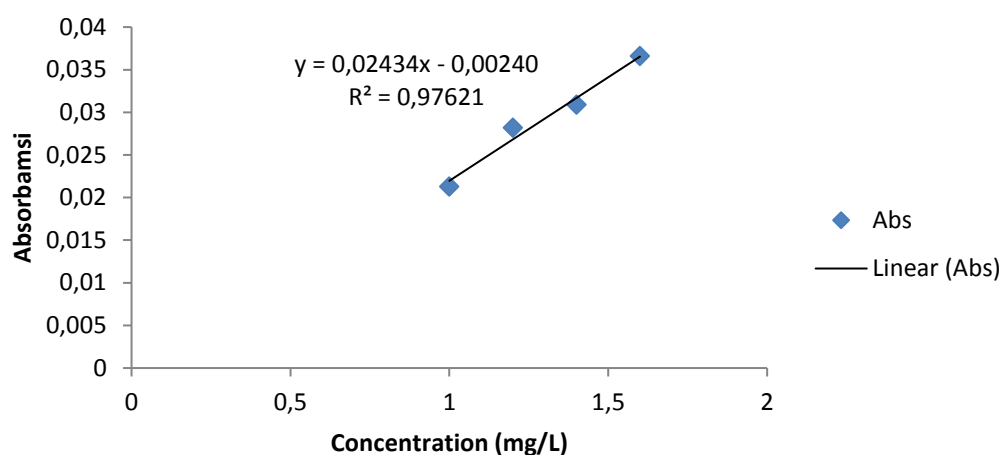
Standard	Concentration mg/L	F	Mean	SD	%RSD	Readings
Std 1	1.0	0.0213	0.0004	1.87	0.0217 0.0213 0.0209	
Std 2	1.2	0.0282	0.0002	0.84	0.0280 0.0280 0.0284	
Std 3	1.4	0.0309	0.0001	0.28	0.0309 0.0309 0.0308	
	1.6	0.0366	0.0002	0.56	0.0368 0.0366	

Calibration eqn Abs = 0.02434*Conc -0.00240
 Correlation Coefficient 0.97621
 Calibration time 8/31/2016 8:21:40 AM

Results Flags Legend

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

Lampiran 16. Perhitungan Total Flavonoid



Rumus perhitungan total flavonoid

$$C = C_1 \times \frac{V}{m} \times FP$$

Keterangan : C = Total flavonoid (mg/mL ekstrak).
 C_1 = Konsentrasi kuersetin (mg/mL).
 FP = Faktor pengenceran.
 m = Berat ekstrak (g).
 V = Volume ekstrak (L)

Perlakuan	Ulangan			Rerata
	1	2	3	
pH 3	0,0591	0,0612	0,0570	0,0591
pH 6	0,0732	0,0842	0,0772	0,0782
pH 8	0,0535	0,0492	0,0509	0,0510

- pH 3 absorbansi = 0,0591

$$y = 0,02434x - 0,00240$$

$$0,0591 + 0,00240 = 0,02434x$$

$$x = \frac{0,0591 + 0,00240}{0,02434}$$

$$x = 2,5267$$

$$C = C_1 \times \frac{V}{m} \times FP$$

$$C = 2,5267 \times \frac{0,001}{0,1} \times 10$$

$$C = 0,2527 \text{ mg/ml}$$

- pH 6 absorbansi= 0,0782

$$y = 0,02434x - 0,00240$$

$$0,0782 + 0,00240 = 0,02434x$$

$$x = \frac{0,0782 + 0,00240}{0,02434}$$

$$x = 3,3119$$

$$C = C_1 \times \frac{V}{m} \times FP$$

$$C = 3,3119 \times \frac{0,001}{0,1} \times 10$$

$$C = 0,3312 \text{ mg/ml}$$

- pH 8 absorbansi=0,0510

$$y = 0,02434x - 0,00240$$

$$0,0510 + 0,00240 = 0,02434x$$

$$x = \frac{0,0510 + 0,00240}{0,02434}$$

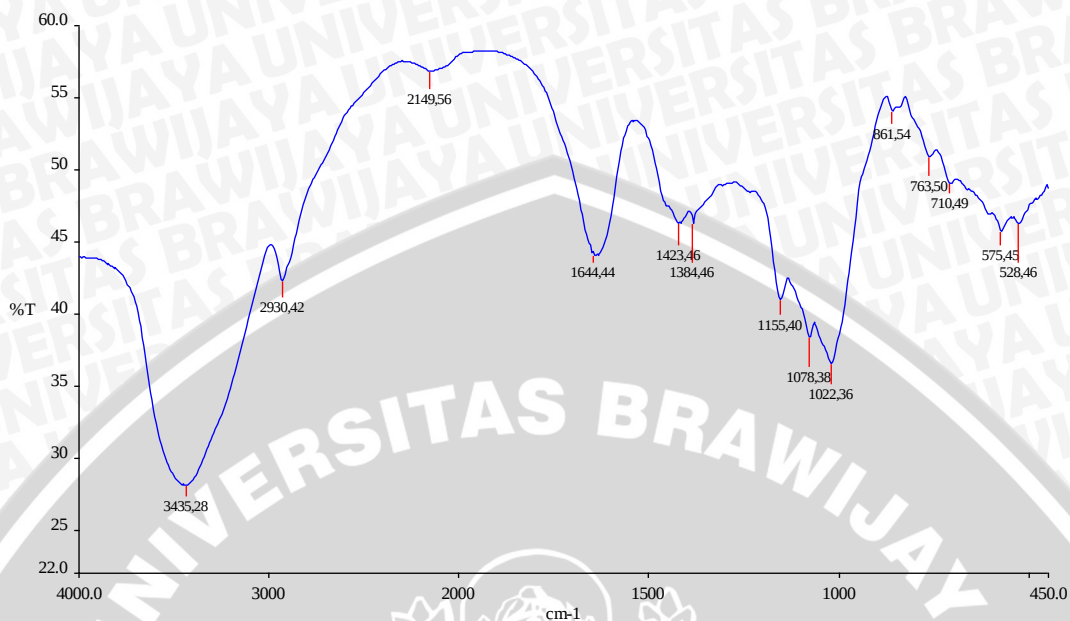
$$x = 2,2017$$

$$C = C_1 \times \frac{V}{m} \times FP$$

$$C = 2,2017 \times \frac{0,001}{0,1} \times 10$$

$$C = 0,2202 \text{ mg/ml}$$

Lampiran 17. Hasil FT-IR



Gum Arab & Dekstrin pH6 (Spray).pk

Gum Arab & Dekstrin pH6 (Spray).001 3551 4000 450 28 58 4 %T 1 0

REF 4000 43 2000 58 600

3435 28 2930 42 2149 56 1644 44 1423 46

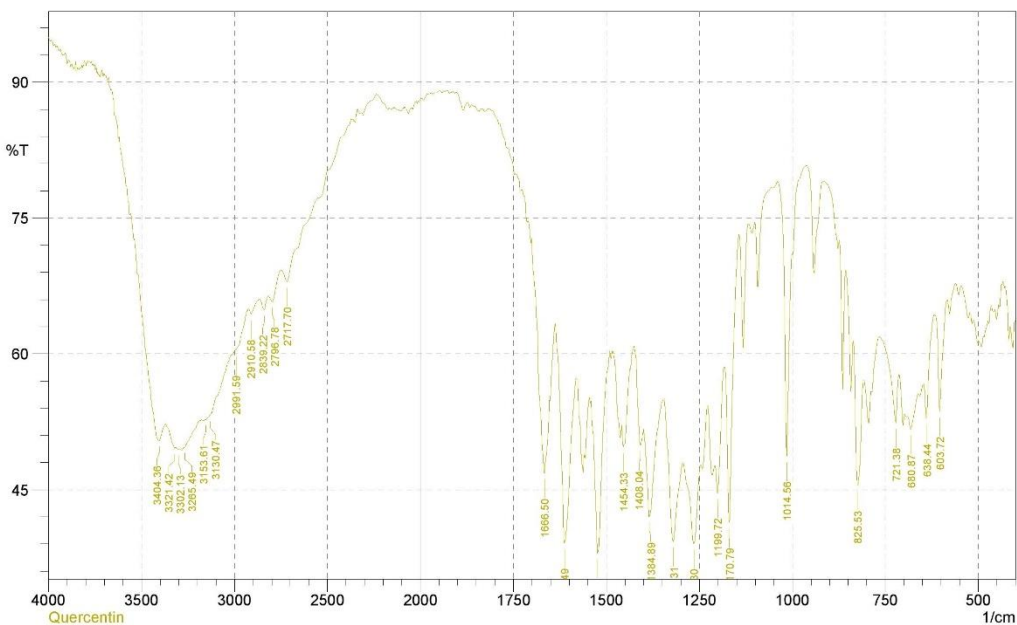
1384 46 1155 40 1078 38 1022 36 861 54

763 50 710 49 575 45 528 46

END 14 PEAK(S) FOUND

Lampiran 18. Hasil FT-IR Quercetin

SHIMADZU



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	603.72	53.632	11.322	617.22	584.43	7.105	1.001
2	638.44	52.862	5.996	646.15	619.15	6.234	0.378
3	680.87	51.662	2.149	688.59	661.58	7.372	0.239
4	721.38	52.386	5.96	765.74	713.66	12.313	0.664
5	825.53	45.464	14.394	835.18	808.17	7.837	1.658
6	1014.56	48.675	25.297	1037.7	1001.06	6.599	1.96
7	1170.79	41.349	21.592	1182.36	1143.79	9.45	2.447
8	1199.72	44.652	6.655	1207.44	1184.29	6.914	0.593
9	1265.3	39.021	8.704	1292.31	1247.94	16.04	1.795
10	1319.31	39.29	12.197	1344.38	1294.24	17.325	2.758
11	1384.89	41.994	10.679	1400.32	1346.31	16.82	2.122
12	1408.04	49.871	3.773	1425.4	1402.25	6.236	0.337
13	1454.33	49.687	3.496	1458.18	1427.32	8.007	0.369
14	1523.76	37.978	19.015	1544.98	1492.9	16.106	3.568
15	1612.49	39.106	21.365	1635.64	1581.63	16.631	4.617
16	1666.5	46.799	20.818	1701.22	1637.56	15.593	4.826
17	2717.7	67.973	2.587	2750.49	2551.82	27.854	0.91
18	2796.78	65.722	1.542	2816.07	2752.42	11.015	0.297
19	2839.22	64.891	1.351	2866.22	2818	8.831	0.202
20	2910.58	64.365	0.897	2924.09	2868.15	10.398	0.135
21	2991.59	60.431	0.152	2993.52	2926.01	13.788	0.133
22	3130.47	53.24	0.148	3132.4	3016.67	28.691	0.084
23	3153.61	52.75	0.06	3155.54	3134.33	5.86	0.014
24	3265.49	49.72	0.081	3267.41	3192.19	21.919	0.019
25	3302.13	49.422	0.128	3315.63	3296.35	5.89	0.011
26	3321.42	49.58	0.27	3371.57	3317.56	15.856	0.052
27	3404.36	50.42	5.725	3556.74	3373.5	41.708	4.51

Comment;
Quercetin

Date/Time; 7/18/2016 10:36:12 AM
No. of Scans; 40
Resolution; 4 [1/cm]
Apodization; Happ-Genzel

Lampiran 19. Hasil LC-MS

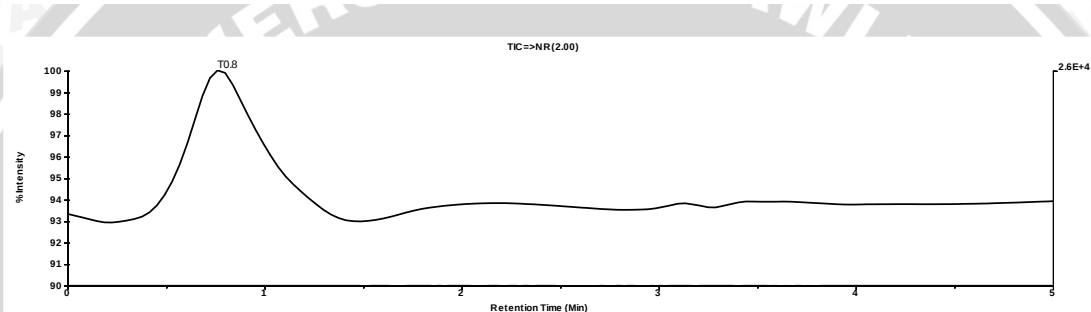
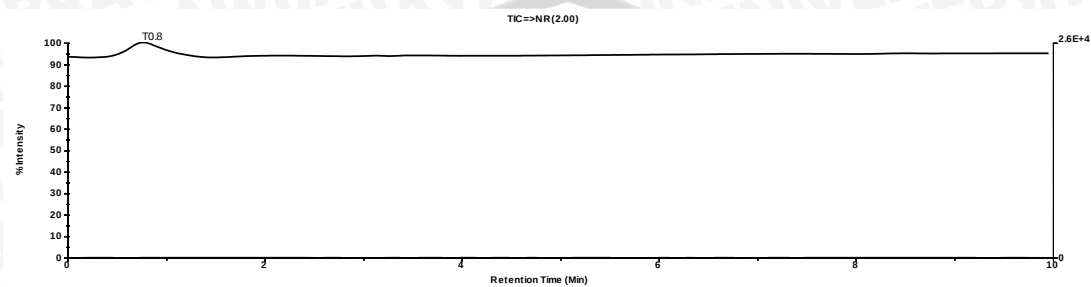
Mhs UB Nur Inda Gum Arab+dextrin pH 6 Direct inject

LC MS –ESI pos ion

Vol injection 2ul

Flow 0.051 ml/min

Eluent MeOH



Index	Time	Lower Bound	Upper Bound	Height	Area
1	0.763100	0.265050	1.415217	26206	21327.75

