

DETEKSI SENYAWA ENKAPSULAT EKSTRAK TEH DAUN *Sargassum cristaefolium*
TERSALUT GUM ARAB DAN MALTODEKSTRIN DENGAN VARIASI pH

ARTIKEL SKRIPSI
MANAJEMEN SUMBERDAYA PERAIRAN
TEKNOLOGI HASIL PERIKANAN

Oleh:

KRISNATIUS SUKMA WAHYUDHA ARSO

NIM. 125080300111040



FAKULTAS PERIKANAN DAN ILMU KELAUTAN

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

MALANG

2017

DETEKSI SENYAWA ENKAPSULAT EKSTRAK TEH DAUN *Sargassum cristaefolium*
TERSALUT GUM ARAB DAN MALTODEKSTRIN DENGAN VARIASI pH

ARTIKEL SKRIPSI
MANAJEMEN SUMBERDAYA PERAIRAN
TEKNOLOGI HASIL PERIKANAN

Sebagai Salah Satu Syarat Untuk Meraih Gelar Sarjana Perikanan
Di Fakultas Perikanan Dan Ilmu Kelautan
Universitas Brawijaya

Oleh:
KRISNATIUS SUKMA WAHYUDHA ARSO
NIM. 125080300111040

Menyetujui
Dosen Pembimbing I

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

23 JAN 2017

Dosen Pembimbing II

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

23 JAN 2017



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

23 JAN 2017

DETEKSI SENYAWA ENKAPSULAT EKSTRAK TEH DAUN *Sargassum cristaefolium* TERSALUT GUM ARAB DAN MALTODEKSTRIN DENGAN VARIASI pH

Krisnatius Sukma Wahyudha Arso¹, Hartati Kartikaningsih², dan Kartini Zaelanie²

Program Studi Teknologi Hasil Perikanan
Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan Universitas Brawijaya

ABSTRAK

Rumput laut cokelat adalah kelompok alga yang secara umum berwarna coklat atau pirang. Warna tersebut tidak berubah walaupun alga ini mati atau keadaan kering salah, satu jenis alga coklat ialah *Sargassum cristaefolium*. *Sargassum cristaefolium* merupakan jenis alga coklat yang banyak mengandung senyawa bioaktif berguna untuk kesehatan seperti flavonoid. Kelemahan dari senyawa flavonoid itu sendiri ialah mudah teroksidasi. Oleh karena itu perlu dilakukan enkapsulasi yang salah satunya menggunakan bahan penyalut berupa gum arab dan maltodekstrin. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui jenis senyawa bioaktif yang terkandung dalam enkapsulat ekstrak kasar the *Sargassum cristaefolium* tersalut gum arab dan maltodekstrin. Metode yang digunakan adalah metode deskriptif eksploratif. Dari data diperoleh dari pengujian SEM, KLT, spektrofotometri UV-Vis, FTIR dan LC-MS. Hasil penelitian dengan uji KLT, ekstrak kasar positif mengandung flavonoid yang diduga kuersetin dengan nilai Rf sebesar 0,8 dan terbentuk bercak berwarna kuning. Hasil rendemen ekpulsat hasil enkapsulasi metode *freeze drying* sebesar 65,76% atau 16,44 gram. Pelepasan enkapsulat yang optimal pada perendaman pH 6. Hasil tersebut didukung dengan hasil spektrofotometri UV-Vis dengan total flavonoid sebesar 0,0479 mgQE/g. Hasil SEM memperlihatkan banyaknya keretakan dan serpihan pada pH 6. Berdasarkan uji Hasil FTIR, terdeteksi gugus-gugus fungsional berupa O-H, C-H, C-O, C=O, dan C=C. Hasil LC-MS didapatkan berat molekul senyawa dugaan sebesar 314 m/z diduga teridentifikasi sebagai 3,7-Dihidroksi-3',4'-dimetoksiflavan dengan rumus kimia C₁₇H₁₄O₆. Senyawa tersebut termasuk dalam senyawa turunan kuersetin.

Kata kunci: Enkapsulasi, *Sargassum cristaefolium*, Flavonoid, Gum arab, Maltodekstrin

(1) Mahasiswa Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan Universitas Brawijaya

(2) Dosen Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan Universitas Brawijaya

DETECTION BIOACTIVE COMPOUNDS IN ENCAPSULATED EXTRACT OF BROWN ALGAE *Sargassum cristaefolium* LEAVES TEA COATED BY GUM ARABIC AND MALTODEXTRIN WITH pH VARIATION

Krisnatius Sukma Wahyudha Arso¹, Hartati Kartikaningsih², dan Kartini Zaelanie²

ABSTRACT

Brown seaweed is a group of algae that are generally brown or auburn, The color does not change even if these algae die or dry state. one type of brown algae is *Sargassum cristaefolium*. *Sargassum cristaefolium* is a kind of brown algae contained many bioactive compounds which are useful for human health, such as flavonoids. The downside of the flavonoid compound itself is easily oxidized. Therefore, it is necessary to encapsulation with the coating material such as gum arabic and maltodextrin. The purpose of this research was to detect the kind of bioactive compound in microcapsule of *Sargassum cristaefolium* tea crude extract coated by gum arabic and maltodextrin. The method used is descriptive explorative method with the data obtained from the testing of SEM, KLT, UV-Vis spectrophotometry, FTIR and LC-MS. Results of research by KLT test, positive crude extract contains flavonoids quercetin allegedly with Rf value of 0.8 and formed then yellow spots. The encapsulate yield results encapsulation method of freeze drying results by 65.76% or 16.44 grams. Optimum encapsulate release in immersion of pH 6. The result is supported with UV-Vis spectrophotometry with flavonoid total for 0.0479 mgQE/g. SEM result shows many fractures in pH 6. Based on the test results of FTIR, detectable functional groups such as O-H, C-H, C-O, C=O, and C=C, and C=C. LC-MS results obtained molecular weight compounds allegations of 314 m / z allegedly identified as 3,7-Dihydroxy-3',4'-dimetoksiflavan with the chemical formula C₁₇H₁₄O₆. The compounds included in the compound quercetin derivatives.

Keywords : Encapsulation, *Sargassum cristaefolium*, flavonoid, Gum Arabic, maltodextrin

PENDAHULUAN

Latar Belakang

Rumput laut coklat adalah kelompok alga yang secara umum berwarna coklat atau pirang. Warna tersebut tidak berubah walaupun alga ini mati atau kekeringan (Atmadja 1996). Rumput laut dibedakan menjadi tiga Menurut (Soenardjo2011), yaitu *chlorophyceae* (Alga Hijau), *rhodophyceae* (Alga merah) dan *phaeophyceae* (Alga coklat). Ketiga golongan tersebut mempunyai nilai ekonomis penting karena kandungan senyawa kimianya. salah satu jenis rumput laut yang tergolong banyak dimanfaatkan ialah rumput laut *Sargassum* sp.

Sargassum cristaefolium banyak dimanfaatkan penduduk pantai untuk sayur dan lalapan. Pemanfaatan rumput laut coklat antara lain industri makanan, minuman, obat-obatan dan lain-lain (Putri2011). Selain di bidang industri pemanfaatan rumput laut coklat untuk pengobatan sudah dikenal sejak lama. Di Vietnam bagian selatan hingga tengah seperti Khanh Hoa, Quang Nam, Quang Ngai, Binh Dinh, dan lain-lain orang telah memanfaatkan *Sargassum* sebagai minuman teh yang berkhasiat medis (Susanto,2009). Novaczek dan Athy (2001), menyatakan bahwa *Sargassum* dapat dibuat sebagai minuman sejenis *slimming tea*.

Kandungan *Sargassum cristaefolium* yang banyak dimanfaatkan ialah flavonoid, Menurut Risjani *et al.*,(2010), menyatakan bahwa kandungan bioaktif dari ekstrak *Sargassum cristaefolium* antara lain ialah golongan flavonoid. senyawa flavonoid memiliki potensi sebagai antioksidan karena memiliki gugus hidroksil yang terikat pada karbon cincin aromatik sehingga dapat menangkap radikal bebas yang dihasilkan dari reaksi peroksidasi lemak. Senyawa flavonoid akan menyumbangkan satu atom hidrogen untuk menstabilkan radikal peroksi lemak.(Dewi *et al.*,2014). Kelemahan senyawa golongan flavonoid ini tidak tahan panas serta mudah teroksidasi pada suhu yang tinggi (Koirewoa *et al.*,2012).

Untuk menghambat proses oksidasi dilakukan dengan metode enkapsulasi. Enkapsulasi ialah teknik Penyalutan suatu bahan sehingga bahan yang disalut dapat Dilindungi dari pengaruh lingkungan. Bahan penyalut Disebut enkapsulan sedangkan yang disalut Disebut *core* (Triana *et al.*,2006). Bahan yang umum digunakan untuk enkapsulasi ialahjenis polisakarida dan protein seperti pati, alginat, gum arab, gelatin, karagenan, albumin dan kasein (Rizqiati *et al.*,2009). Pada penelitian ini menggunakan sistem enkapsulasi penyalut dari gum arab dan maltodekstrin dengan metode *freeze drying*

Ekstrak *Sargassum cristaefolium* yang telah tertutup/disalut kemudian harus dibuka kembali (*release*) dari penyalutnya saat dikonsumsi supaya kandungan bioaktif dari ekstrak *Sargassum cristaefolium* tersebut dapat diserap oleh tubuh maka dalam hal ini dibutuhkan proses pelepasan penyalut. Menurut penelitian Sagala (2012), menjelaskan bahwa pelepasan zat aktif dapat terjadi karena yaitu salah satunya ialah perubahan pH. Sistem pencernaan yang dimiliki manusia memiliki tingkat-tingkat pH yang berbeda. Menurut Gad (2008), lambung memiliki pH 1,2 sampai 3,5, usus duabelas jari memiliki pH 5 sampai 6 sedangkan pada usus halus dan usus besar memiliki pH 6,5 sampai 8. Diduga dari salah satu bagian pencernaan di tubuh manusia yang memiliki kondisi pH tersebut penyalut dapat terlepas agar senyawa bioaktif yang dikandung *sargassum cristaefolium* keluar. Sehingga setelah pelepasan penyalut diperlukan analisis mengenai pendeteksi senyawa bioaktif apa yang terkandung dalam ekstrak *sargassum cristaefolium* yang telah tersalut gum arab dan maltodekstrin.

Rumusan Masalah

Rumusan masalah dari penelitian ini ialah senyawa bioaktif apa yang terkandung dalam enkapsulat teh *Sargassum cristaefolium* tersalut gum arab maltodekstrin ?

Tujuan

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui jenis senyawa bioaktif yang terkandung dalam enkapsulat teh daun alga coklat *Sargassum cristaefolium* tersalut gum arab dan maltodekstrin dengan variasi pH.

Kegunaan Penelitian

Kegunaan penelitian ini adalah untuk memberikan informasi kepada pembaca mengenai pengaruh pH terhadap terlepasnya penyalut kombinasi gum arab dan maltodekstrin pada enkapsulat teh alga coklat *Sargassum cristaefolium*.

Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilakukan pada bulan Maret – Mei 2016 di Laboratorium Budidaya air tawar Sumber Pasir; Laboratorium Keamanan Hasil Perikanan Universitas Brawijaya; Laboratorium Sediaan Padat Teknologi Farmasi Fakultas Farmasi Universitas Gadjah Mada; Laboratorium Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang; Laboratorium Biosains Universitas Brawijaya Malang; Laboratorium Sains Terpadu Universitas Negeri Malang; Laboratorium Kimia Farmasi Universitas Airlangga Surabaya; dan Pusat Penelitian Kimia LIPI Serpong Tangerang.

METODE PENELITIAN

Materi Penelitian

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

Bahan Penelitian

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah alga coklat jenis *Sargassum cristaefolium*. Bahan – bahan tambahan yang digunakan untuk pembuatan enkapsulat ekstrak daun *Sargassum cristaefolium* yaitu $(\text{Ca}(\text{OH})_2)$ 1% (b/v), *aluminium foil*,

kertas saring whatman no 41, kertas label, air, aquades, gum arab dan maltodekstrin 12% : 8%. Bahan yang digunakan dalam proses ekstraksi adalah etanol PA, aluminium foil, kertas saring whatman no 41, kertas label, plastik *wrap*, tissue dan kertas label. Bahan yang digunakan untuk pengujian KLT antara lain plat silika gel 60 GF₂₅₄ MERCK dan etanol PA. Bahan untuk uji Spektrofotometri UV-Vis antara lain NaNO_2 (Teknis), dan AlCl_3 Bahan untuk perlakuan pH yaitu enkapsulat ekstrak daun *Sargassum cristaefolium*, asam sitrat monohidrat, dinatrium fosfat, aquades, kertas saring whatman 41, tissue, dan kertas label.

Peralatan Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi alat yang digunakan pada proses pembuatan teh *S. cristaefolium* yaitu gunting, terpal, ember, selang, karung, pH meter, oven, blender, ayakan 60 mesh, kuas kecil, toples ukuran sedang, sendok, baskom, timbangan digital, botol timbang, dan nampan. Alat-alat yang digunakan dalam proses ekstraksi adalah sendok bahan, pipet tetes, *beaker glass* 1000 ml, gelas ukur 100 ml, spatula, timbangan digital, *hot plate*, *magnetic stirrer*, *centrifuge* 3000 rpm, *rotary evaporator*, cuvet, corong, botol kaca 250 ml. Peralatan uji KLT antara lain: *chamber*, gelas ukur 10 ml, pipa kapiler, pensil dan penggaris. Peralatan uji total padatan antara lain: botol timbang, loyang, oven, desikator, *crushable tang*, gelas ukur 100 ml, dan timbangan analitik. Alat-alat yang digunakan untuk enkapsulasi adalah *beaker glass* 100 ml, gelas ukur 100 ml, spatula, sendok bahan, botol kaca ukuran 250 ml, timbangan digital, *magnetic stirrer*, *hot plate*, *freeze dryer* (VirTis BenchTop “K” series). Alat yang digunakan untuk pengujian meliputi spektrofotometri UV-Vis Cary 50 dan peralatan umum uji spektrofotometri UV-Vis, *Scanning Electron Microscope* (SEM) (Hitachi TM3000 TableTop SEM), *Fourier Transform Infrared Spectrometer* (FTIR) (Shimadzu IRPrestige21 dan Bruker Tensor 37), *Liquid Chromatograph-Mass*

Spectrometer (LC-MS) (Mariner Biospectrometry Hitachi L 6200).

Metode Penelitian

Metode yang digunakan pada penelitian ini adalah metode deskriptif- eksploratif. Menurut Arikunto (2002), Penelitian deskriptif eksploratif bertujuan untuk menggambarkan keadaan suatu fenomena, dalam penelitian ini tidak dimaksudkan untuk menguji hipotesis tertentu tetapi hanya menggambarkan apa adanya suatu variabel, gejala atau keadaan.

Prosedur Penelitian

Prosedur penelitian meliputi proses pembuatan the *Sargassum cristaefolium*, Proses ekstraksi, proses enkapsulasi, dan perlakuan pH serta analisis uji.

Pembuatan Teh

Prosedur pembuatan teh Yuan *et al.*, (2015), Masduqi *et al.*, (2014), dan Utomo (2011), yang telah dimodifikasi, diawali dengan *Sargassum cristaefolium* dicuci dengan air bersih untuk menghilangkan pasir dan kotoran yang menempel. Setelah bersih, *Sargassum cristaefolium* diambil daun dan batang muda dipisahkan. Kemudian daun *Sargassum cristaefolium* dicuci dengan air mengalir untuk memaksimalkan proses pencucian. 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) berfungsi sebagai proses pemucatan *Sargassum cristaefolium* dan menghilangkan bau amis. Selanjutnya daun *Sargassum cristaefolium* direndam dalam air tawar selama 24 jam, dimana air diganti pada pagi dan sore hari. Perendaman ini secara tidak langsung sebagai proses pencucian yang dimana untuk menghilangkan larutan kapur. Selanjutnya dikeringkan dengan cara diangin-anginkan selama 5-6 hari. Setelah itu di oven pada suhu 50°C selama ± 15 menit. Selanjutnya

sampel daun *Sargassum cristaefolium* siap untuk diproses menjadi ekstrak rumput laut.

Ekstraksi The *S. cristaefolium* Menggunakan Metode Maserasi

Proses ekstraksi menggunakan metode maserasi. Metode maserasi menurut Anaelle *et al.*, 2013; Ambika dan Sujatha, 2015; Septiana dan Asnani, 2012; serta Devi *et al.*, 2012 yang telah dimodifikasi. Diawali dengan Sampel kering *Sargassum 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°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 dari proses sentrifugasi adalah untuk memisahkan residu dengan supernatant agar mempermudah dalam proses penyaringan. Selanjutnya supernatant disaring dengan kertas saring *Whatmann* nomor 41, kemudian dipekatkan dengan *rotary evaporator* pada suhu 40°C selama 45 rpm, sehingga pada akhir proses ini didapatkan ekstrak pekat.

Uji total padatan metode gravimetri

Uji total padatan berdasar SNI 06-6989.26 (2005), yang telah dimodifikasi. Uji ini dilakukan untuk menentukan jumlah ekstrak yang akan digunakan. Terlebih dahulu dilakukan preparasi botol timbang, di mana botol timbang dengan tutup setengah tertutup di oven dengan suhu 105°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 dikocok agar persebaran padatan dapat merata, lalu diukur sebanyak 25 ml dan dimasukkan dalam botol timbang, kemudian dipanaskan pada *hot plate* sampai kering. Setelah itu, botol timbang di oven dengan menggunakan suhu 105° C selama 1 jam lalu dimasukkan ke desikator selama 15 menit kemudian ditimbang dengan timbangan analitik. Botol timbang selanjutnya dimasukkan kedalam desikator kembali dan ditimbang kembali sampel sehingga diperoleh berat konstan (B). Total padatan dihitung dengan rumus :

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

Uji Kromatografi Lapis Tipis menggunakan metode preparatif

Pengujian kromatografi lapis tipis menggunakan metode preparatif. menurut Maobeet *al.*, (2012), Langkah awal yakni dilakukan preparasi terlebih dahulu, di mana 0,5 g sampel dan kuersetin (standar) yang masing-masing dilarutkan dalam 2 ml pelarut, sedangkan untuk *chamber* dijenuhkan dengan fase cair berupa etanol PA sebanyak 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 tengah garis start plat KLT menggunakan pipa kapiler lalu ditunggu sekitar 1 menit untuk memastikan sampel diserap oleh plat.

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, selanjutnya dihitung nilai Rf dengan rumus sebagai berikut.

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

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

Proses Enkapsulasi menggunakan metode fisika: teknik freeze drying

Proses enkapsulasi menurut Fernandez *et al.*, (2014), Laokuldilok *et al.*, (2016) dan Saikia *et al.*, (2015) yang telah dimodifikasi, Gum arab sebanyak 12 gram (12%) dan maltodekstrin sebanyak 8 gram (8%) dilarutkan dalam 100 ml aquades dingin kemudian di homogenkan dengan maknetik stirrer dengan suhu larutan dinaikkan mencapai 70°C. Kemudian kedua sampel penyalut tersebut dijenuhkan selama semalam dalam suhu ruang dalam kondisi dimasukkan kedalam botol gelap yang ditutup aluminium foil, dan didapatkan larutan penyalut 20%. Kemudian ditambahkan 25% ekstrak dari konsentrasi penyalut (5 gram) dan dihomogenkan menggunakan maknetik stirrer kecepatan penuh kurang lebih 5 menit. Setelah itu dilakukan pengeringan menggunakan freeze dryer pada suhu -70,8°C kurang lebih selama 38 jam dan dihasilkan enkapsulat ekstrak *Sargassum cristaeifolium*.

Perlakuan pH

Perlakuan pH menurut Gad (2008) dan Desai *et al.*, (2014) yang telah termodifikasi, Untuk perlakuan pH tahap awal yang harus dilakukan adalah membuat stok larutan. Larutan buffer pH menggunakan larutan dengan natrium fosfat 0,2 M dan asam sitrat monohidrat 0,1 M. Pembuatan larutan stok dinatrium fosfat 0,2 M dilakukan dengan melarutkan 2,84 gram dinatrium fosfat dengan aquadest sampai 100 ml, lalu dihomogenkan. Sedangkan pembuatan larutan stok asam sitrat monohidrat 0,1 M dilakukan dengan melarutkan 2,10

gram asam sitrat monohidrat dengan aquades sampai 100 ml, lalu di homogenkan.

Tahap selanjutnya untuk pembuatan buffer pH 3, 6 dan 8 dengan mencampurkan larutan dinatrium fosfat 0,2 M dan asam sitrat monohidrat 0,1 M dengan volume di tunjukkan pada tabel berikut (untuk tiap larutan buffer volume akhir 20 ml). Komposisi Larutan Buffer dapat dilihat pada tabel 1.

Tabel 1. Komposisi Larutan Buffer pH

pH	Dinatrium	Asam asetat
	Fosfat (0,2 M)	monohidrat (0,1 M)
3	4,08	15,92
6	12,84	7,16
8	19,53	0,47

Setelah larutan buffer siap, kemudian sampel enkapsulat ditimbang sebanyak 6 gram, untuk masing-masing buffer direndam selama ± 5 jam, kemudian disaring dengan kertas *whatman* no 42 untuk memisahkan residu dan filtrat. Residu kemudian dikeringkan dengan dibiarkan pada oven dengan suhu 30°C. Setelah residu kering, kemudian dilakukan uji.

Uji spektrofotometri UV-Vis metode kolorimetri AlCl₃

Uji spektrofotometri UV-Vis menggunakan metode kolorimetri AlCl₃ menurut Tambe dan Bambhar (2014), yang telah dimodifikasi. Langkah pertama adalah membuat larutan induk kuersetin. Sebanyak 0,01 gram kuersetin ditimbang dan dimasukkan dalam labu ukur 100 mL. Lalu ditambahkan 50 mL aquades dan aduk. Kemudian ditambahkan 3 mL NaNO₂ 5% dan tunggu selama 5 menit. Kemudian sebanyak 3 mL AlCl₃ 10% ditambahkan dan aduk merata sekali dan tunggu selama 5 menit. Kemudian tambahkan 20 mL NaOH 1 M dan kemudian larutkan sampai 100 mL dengan aquades. Selanjutnya ukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis dari 800.00 nm sampai 200.1 nm untuk mendapatkan panjang gelombang maksimal.

Larutan standar kuersetin dibuat dengan membuat larutan dengan konsentrasi yang berbeda (1; 1,2; 1,4; dan 1,6 ppm). Larutan standar kuersetin dibuat dengan cara mengencerkan larutan dari larutan induk untuk masing-masing konsentrasi yang diinginkan (masing-masing konsentrasi sebanyak 10 mL). Masing-masing larutan dengan berbagai konsentrasi tadi kemudian diukur absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 404 nm (didapat dari panjang gelombang maksimal larutan induk kuersetin) sehingga didapat absorbansi tiap konsentrasi. Masing-masing tiga kali ulangan. Kurva kalibrasi diperoleh dari hubungan konsentrasi kuersetin dengan absorbansi.

Pengukuran absorbansi sampel dilakukan dengan cara menimbang 0,1 gram sampel enkapsulat dan dilarutkan dalam 10 mL aquades. Kemudian sebanyak 1 mL dari larutan sampel diambil dan dimasukkan dalam labu ukur. Lalu diambil 4 mL aquades dan dicampur dengan larutan sampel. Lalu ditambahkan 0,30 mL NaNO₂ 5 % dan ditunggu selama 5 menit. Kemudian selanjutnya ditambahkan 0,3 mL AlCl₃ 10% dan ditunggu selama 5 menit. Setelah itu ditambahkan 2 mL NaOH 1 M dan dilarutkan sampai 10 mL dengan aquades. Lalu diukur absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 404 nm. Masing-masing sampel dilakukan dengan tiga kali ulangan. Kemudian dihitung konsentrasi kuersetin dan total flavonoid yang ada dengan rumus berikut.

$$\begin{aligned} \text{Konsentrasi kuersetin : } y &= a + bx \\ bx &= y - a \\ x &= \frac{y - a}{b} \end{aligned}$$

Keterangan : y = variabel terikat (absorbansi)
 a = *intercept*
 b = *slope*/ koefisien regresi
 x = variabel bebas (konsentrasi kuersetin (mg/L))

$$\text{Total Flavonoid : } C = C1 \times \frac{V}{m} \times FP$$

Keterangan : C = total flavonoid (mg/g)
 C1 = konsentrasi kuersetin (mg/L)



FP= faktor pengenceran
 m = massa sampel (g)
 V = volume larutan sampel

Sampel	Rf (x100)
Ekstraksargassum cristaeofolium	80
Kuercetin	80
Kuercetin (Harborne, 1987)	76

Uji Scanning Electron Microscopy (SEM) metode Back-scattered Electron (BSE)

Sampel dianalisa menggunakan Scanning Electron Microscope menurut Gunawan dan Azhari (2010), memakai alat SEM Hitachi TM 3000 TableTop SEM dengan pembesaran 2500 kali. yaitu dengan dengan Ruang sampel divakumkan 15.0kV untuk menjamin bahwa kolom SEM bebas dari molekul udara. SEM dioperasikan dengan standar parameter operasi sebagai berikut. High Voltage : 15000, Volt Spot Size : 15000, Work Distance(WD) : 5600 um, WD setinggi 5600 um dipilih sebagai kompromi terhadap setingan untuk akuisisi sinyal EDX yang mensyaratkan 10 mm agar pendeteksian X-Ray dan pencacahannya optimal.

Uji FT-IR metode transmisi dan LC-MS metode ESI positif

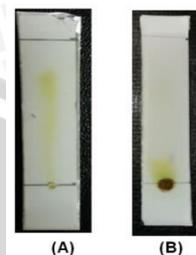
Uji FT-IR memakai alat Fourier Transform Infrared Spectrometer (FTIR) merk Shimadzu IRPrestige21 dan Bruker Tensor 37 dengan metode tranmisis dan LC-MS dilakukan dengan alat LC-MS merk Mariner Biospectrometry Hitachi L 6200 sistem ESI modus positif dengan eluen MeOH. Sampel diinjeksi secara langsung sebanyak 2µL dengan laju aliran 0,1mL/menit.

Hasil dan Pembahasan

Kromatografi Lapis Tipis

Menurut Risjani dan Anita, (2009) menyatakan bahwa bioaktif dari ekstrak *S. cristaeofolium* antara lain ialah golongan flavonoid. Untuk menguatkan pernyataan tersebut dilakukan pengujian kembali dengan metode kualitatif KLT dimana nilai Rf sampel dibandingkan dengan nilai Rf kuersetin. Hasil dari KLT bisa di lihat pada tabel 2 dan gambar 2.

Tabel 2. Nilai Rf dari enkapsulat ekstrak kasar teh daun *Sargassum cristaeofolium*



Gambar 1. Hasil Kromatografi Lapis Tipis senyawadugaan (atas) dan kuersetin sebagai standar (bawah) (Dokumentasi pribadi).

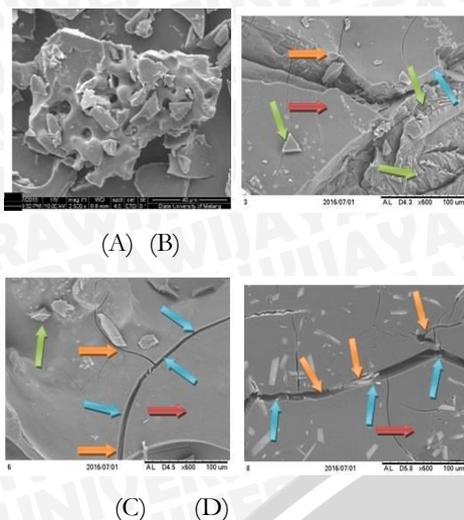
Menurut Harborne (1987), dalam pengembangan pengujian KLT sampel yang mengandung air biasanya tidak akan naik dengan sempurna dan hanya menunjukkan bercak noda diawal tempat sampel diletakan.

Hasil Analisis Perhitungan Rendemen

Analisis rendemen enkapsulat setelah freeze dry menunjukkan rendemen enkapsulat ekstrak teh *S. cristaeofolium* dengan penyalut gum arab dan maltodekstrin perbandingan 12% : 8% ialah sebesar 65,76% yaitu 16,44 gram masa enkapsulasi dari 25 gram masa penyalut total dengan ekstrak kasar teh *S. cristaeofolium*. Hasil tersebut lebih rendah dari pada rendemen hasil penelitian Puspabuana (2015), yaitu dengan 81,13%. Hal tersebut dikarenakan kadar air telah teruap maksimal.

Analisa Struktur Enkapsulat

Struktur permukaan dari enkapsulat ekstrak kasar *Sargassum cristaeofolium* tersalut gum arab dan maltodekstrin dengan variasi pH dapat dilihat dengan menggunakan Scanning Electron Microscopy (SEM) dengan perbesaran 100x dan 250x pada gambar 1.



Gambar 2. Struktur enkapsulat (A) Tanpa perlakuan pH (B) pH (3), (C) pH 6 dan (D) pH 8

Keterangan :

- : Pecahan atau serpihan
- : Retakan
- : Lapisan tipis pada tepi retakan
- : lapisan rata dari permukaan enkapsulat

Berdasarkan hasil pengujian SEM menunjukkan struktur permukaan dari enkapsulat tanpa perlakuan pH memiliki struktur lebih sedikit serpihan serta banyak memiliki rongga. Sedangkan pada enkapsulat pada pH 6 memiliki permukaan yang tidak terlindungi oleh penyalut, hal ini dapat dilihat pada bagian tepi retakan tidak terlindungi oleh penyalut di semua sisi (tanda panah gambar pH 6) dibanding struktur permukaan penyalut yang lain hal ini diduga di pengaruhi oleh kedua penyalut tersebut yang bila saling bertemu dapat terjadi reaksi glikosidik yaitu ikatan antara H^+ dari gum arab dan OH dari maltodextrin sehingga membentuk H_2O sehingga mudah di dihidrolisis oleh asam serta enzim, terjadinya hidrolisis menyebabkan menurunnya viskositas dan meningkatkan kondisi lepasnya penyalut dengan difusi dan *swelling*.

Sementara itu pada pH 3 terlihat masih terlindungi oleh penyalut, hal ini dapat dilihat bahwa dari tepi-tepi dari retakan yang berwarna putih yang berarti masih terlindungi, hasil tersebut sesuai dengan sifat dari masing-masing penyalut yaitu stabil

terhadap asam. Sedangkan pada pH 8 bisa dilihat pada tepi-tepi retakan yang muncul juga masih terlindungi oleh penyalut. Hal tersebut diduga dikarenakan oleh adanya kerusakan atau pemutusan ion dari flavonoid itu sendiri. Menurut Markham (1988), flavonoid memiliki sifat yang asam dan dapat larut dalam basa. Flavonoid bila dibiarkan dalam larutan basa, pada akhirnya banyak yang akan terurai dan teroksidasi. Dugaan tersebut juga di dukung dengan hasil Spektrofotometri *UV-Vis* pada pH 8 yang menunjukkan penurunan.

Uji Spektrofotometri UV-Vis

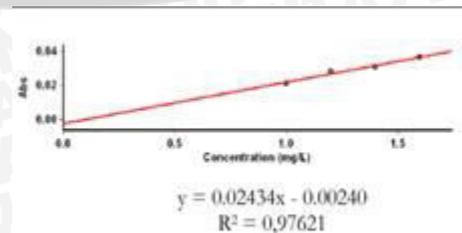
Sampel berupa enkapsulat ekstrak kasar teh daun *Sargassum cristaeifolium* dengan perlakuan pH masing-masing 3, 6, dan 8 dilakukan uji spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang 404 nm. Hasil absorbansi sampel dan kurva standar adalah pada tabel 3 dan pada gambar 3:

Tabel 3. Hasil uji spektrofotometri UV-Vis enkapsulat ekstrak kasar teh daun *Sargassum cristaeifolium* tersalut gum arab dan maltodekstrin

Sampel (10.000 ppm)	Absorbansi (404 nm)	Kadar Ekuivalen (mgQE/g)
pH 3	0,1108	0,0109
pH 6	0,3810	0,0479
pH 8	0,1112	0,0209

Gambar 3. Kurva standar

Berlandaskan dari hasil uji spektrofotometri UV-Vis pada Tabel 4, sampel yang diduga mengandung senyawa flavonoid. Sampel pH 6 memiliki kadar tertinggi yaitu 0,0479, pada pH 6 memiliki kadar total flavonoid terbanyak. selanjutnya pH 8 dengan 0,0209, hal itu diduga penyalut telah pecah sehingga kandungan

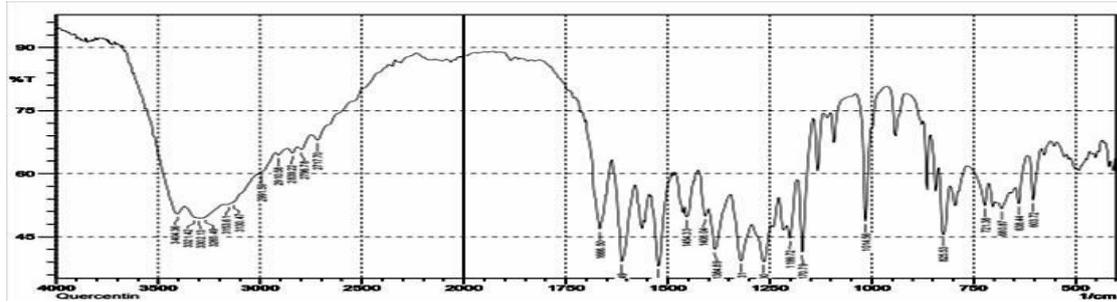


diduga penyalut telah terlepas sehingga senyawa pada enkapsulat keluar dari penyalutnya, sehingga sampel flavonoid keluar dari dinding penyalut serta terurai oleh karena pH 8hal tersebut sesuai dengan pernyataan Markham (1988), yang menjelaskan bahwa flavonoid memiliki sifat yang asam dan dapat larut dalam basa. dan pH 3

Uji Fourier Transform Infra Red(FTIR)

Uji FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) bertujuan untuk mengetahui gugus-gugus fungsi dari yang terdapat pada ekstrak teh *Sargassum cristaefolium*.ekstrak teh *Sargassum cristaefolium* nantinya akan dibandingkan dengan Standar kuersetin untuk melihat kesesuaian dari keduanya. Berikut hasil uji FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) dari kuersetin dilihat pada gambar 4 dan dari ekstrak teh *Sargassum cristaefolium* pada gambar 5.

FT-IR (*Fourier transform infrared*) ini memberikan informasi adanya puncak serapan gugus hidroksil pada bilangan gelombang. Pada bilangan gelombang 346 cm⁻¹. Gugus hidroksil ini merupakan regang O-H dengan intensitas kuat. Gugus ini diperkuat dengan adanya ulur pada bilangan gelombang 1384 cm⁻¹. Pita serapan pada bilangan gelombang 2927 cm⁻¹ menunjukkan adanya regangan C-H dan diperkuat dengan munculnya ulur 1384 cm⁻¹. Pada pita serapan 1154 cm⁻¹ Adanya regang C-O. Adanya renggang C=O pada bilangan gelombang 1645 cm⁻¹.Sedangkan pada renggangan C=C yaitu pada bilangan serapan 1020 cm⁻¹ dan diperkuat dengan adanya ulur yaitu pada bilangan gelombang 840 cm⁻¹



Gambar 4. Standard kuersetin

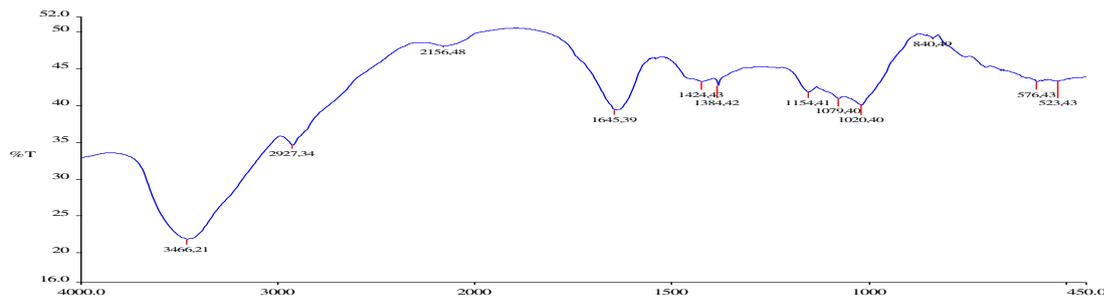


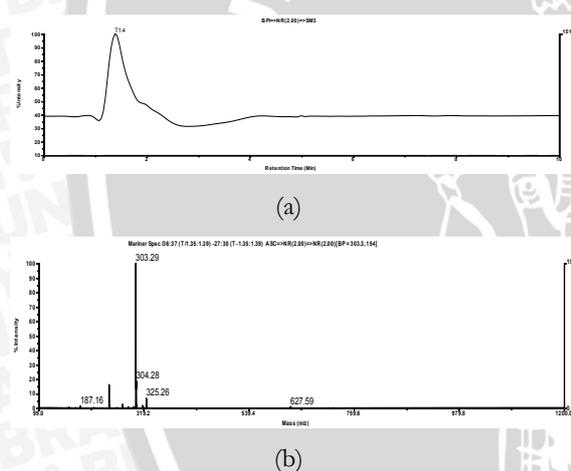
Table 4. Gugus fungsional pita serapan FT-IR

Gugus dugaan	Sampel senyawa		Gugus dugaan	Kuersetin Standard	
	Daerah serapan	Williams and Fleming		Daerah serapan	Williams and Fleming
alkohol O-H	3466,21	3600-3200	alkohol O-H	1404-4140	3600-3200
Ulur	1384,42	1410-1260	ulur	1408-1265	1410-1260
alkil C-H	2927,34	2960-2850	akil C-H	2910	2960-2950
Ulur	1384,42	1390-1370	ulur	1450	1470-1430
ester C-O ulur	1154,41	1300-1050	ester C-O ulur	119-1170	1300-1050
Ulur			ulur		
keton C=O	1645,39	1655-1635	keton C=O	1666	1690-1660
Ulur			ulur		
aromatik C=C	1020,40	1225-950	aromatik C=C	1612-1523	1600-1500
Ulur	840,49	900-680	ulur	825-680	900-680

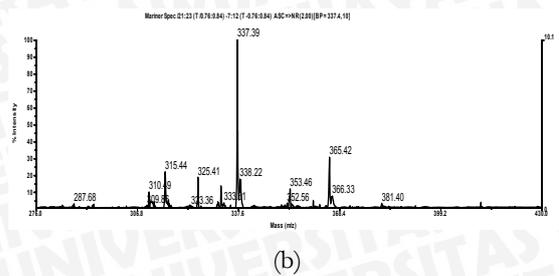
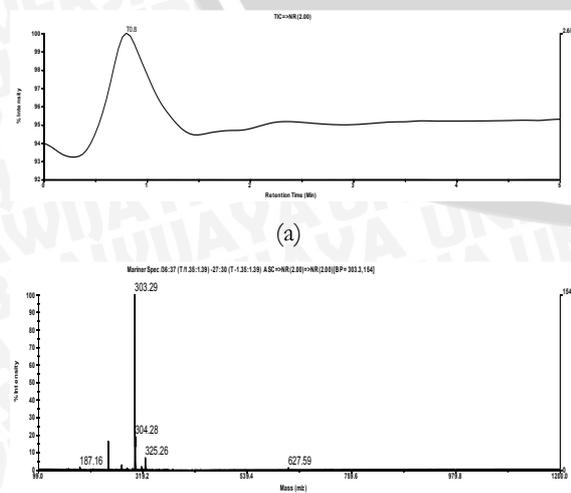
Uji *Liquid Chromatography - Mass Spectrometry* (LC-MS)

Dari analisis FT-IR (Fourier transform infrared) dilanjutkan dengan uji analisis LC-MS untuk mengidentifikasi struktur berat molekul serta struktur yang terdapat ekstrak teh *Sargassum cristaefolium* dengan menggunakan uji LC-M. Hasil uji LC-MS tersebut menunjukkan 1 puncak waktu pada standard quersetin yaitu 1,4 (Gambar 6) dan pada hasil enkapsulat ekstrak kasar teh *Sargassum cristaefolium* 1 puncak waktu yaitu 0,8 menit. Pola spektrum LC-MS dapat dilihat pada Gambar 7.

Dari daerah serapan tersebut dapat disimpulkan bahwa daerah serapan tersebut tidak jauhbeda dengan daerah serapan dan gugus fungsional pada quersetin.



Gambar 6. (a) Spektrum LC (b) Spektrum MS, standar quersetin



Gambar 7. (a) Spektrum LC (b) Spektrum MS, enkapsulat ekstrak kasar teh *Sargassum cristaefolium* pada pH 6.

Dari hasil spectrum LC-MS diatas yang berupa grafik kromatografi dengan beberapa peak yang diduga fragmentasi senyawa quersetin dengan berat molekul 325,26 m/z. yang diduga sebagai *base peak* dan juga diduga dengan ion [M+Na] diperoleh senyawa dengan berat molekul 302 m/z. didapatkan juga hasil peak lain yang diduga sebagai ion molekuler yaitu 303.29 [M+H] dan didapat molekul 302 m/z. Berdasarkan hasil dari berat molekul dari *quersetin* yang di telusuri menggunakan *mass bank* 302 m/z ialah *quercetin* dengan rumus $C_{15}H_{10}O_7$. Sedangkan pada hasil spectrum LC-MS dari sampel enkapsulat ekstrak kasar teh *Sargassum cristaefolium* didapat grafik kromatografi dengan beberapa peak yang diduga fragmentasi senyawa dengan berat molekul 337,40 m/z. yang diduga sebagai *base peak* ion [M+Na] sehingga diperoleh senyawa dengan berat molekul 314 m/z. didapatkan juga hasil peak lain yang diduga sebagai ion molekuler yaitu 315,43 [M+H] bilahasil tersebut dilakukan penelusuran menggunakan *mass bank*, senyawa dengan berat molekul 314 m/z ialah 3,7-Dihidroksi-3',4'-dimetoksiflavin dengan rumus kimia $C_{17}H_{14}O_6$. Dari hasil peak quercetin dan hasil sampel enkapsulat dapat dibandingkan jumlah molekulnya tidak jauh berbeda, terjadi penambahan ion C ion H serta pengurangan ion O hal itu diduga adanya penambahan dari

penyalut yaitu gum arab dan maltodekstrin dan dari proses perendaman menggunakan pH yang berbeda.

KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan

Enkapsulat ekstrak teh rumput laut coklat *Sargassum cristaeifolium* tersalut gum arab maltodekstrin memiliki rendemen sebesar 65,76% atau 16,44 gram. Enkapsulat ekstrak teh rumput laut coklat *Sargassum cristaeifolium* 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 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-H, C-O, C=O, C=C. Dengan demikian, enkapsulat ekstrak kasar teh *Sargassum cristaeifolium* diduga mengandung senyawa flavonoid turunan dari kuersetin yaitu 3,7-Dihidroksi-3',4'-dimetoksiflavan dengan rumus kimia $C_{17}H_{14}O_6$. Dari kesimpulan di atas dapat dirumuskan bahwa enkapsulat ekstrak teh rumput laut coklat *Sargassum cristaeifolium* tersalut gum arab maltodekstrin dapat di aplikasikan pada produk makanan yang memiliki pH rendah atau asam.

5.1. Saran

Disarankan untuk melakukan penelitian lebih lanjut dengan ekstrak yang telah dimurnikan dan identifikasi dilengkapi dengan analisis NMR serta dapat dilakukan penelitian pada penambahan makanan.

DAFTAR PUSTAKA

Ambika, S., 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.

Arikunto, S .2002. *Prosedur Penelitian, Suatu Pendekatan Praktek.* Jakarta: PT Rineka Cipta

Atmadja WS. 1996. Pengenalan Jenis Algae Merah. Di dalam: *Pengenalan Jenis-Jenis Rumput Laut Indonesia.* Jakarta: Pusat Penelitian dan Pengembangan Oseanologi, hlm 147 – 151.

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

Dewi, O, W, N., M, N, Puspawati. D, M, Swantara. A, Asih. S, W, Rita. 2014. Aktivitas Antioksidan Senyawa Flavonoid Ekstrak Etanol Biji Terong Belanda (*Solanum Betaceum, Syn*) dalam Menghambat Reaksi Peroksidasi Lemak pada Plasma Darah Tikus Wistar. Magister Kimia Terapan, Pascasarjana Universitas Udayana, Denpasar, Indonesia.

Dewi, O, W, N., M, N, Puspawati. D, M, Swantara. A, Asih. S, W, Rita. 2014. Aktivitas Antioksidan Senyawa Flavonoid Ekstrak Etanol Biji Terong Belanda (*Solanum Betaceum, Syn*) dalam Menghambat Reaksi Peroksidasi Lemak pada Plasma Darah Tikus Wistar. Magister Kimia Terapan, Pascasarjana Universitas Udayana, Denpasar, Indonesia.

Gad, S, C. 2008. *Preclinical Development Handbook: ADME and Biopharmaceutical Properties.* Wiley-Interscience hal: 293. Canada.

Koirewoa, Y, A., Fatimawali F, Wiyono W. 2012. Isolasi dan Identifikasi Senyawa Flavonoid dalam Daun Beluntas (*Pluchea indica L.*). *Pharmacon.* 7(2): 13.

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.

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.

- Masduqi, A. F., M. Izzati., E. Prihastanti. 2014. Efek Metode Pengeringan Terhadap Kandungan Bahan Kimia Dalam Rumput Laut *Sargassum polycystum*. Buletin Anatomi Fisiologi:1-9.
- Novaczek, I., A. Athy. 2001. Sea Vegetable Recipes For The Pacific Island. Canada South Pacific Ocean Development New Zealand Official Development Assistance Australian Agency for International Development International Ocean Institute - Pacific Islands.
- Putri, K, H. 2011. Pemanfaatan Rumput Laut Coklat (*Sargassum Sp.*) Sebagai Serbuk Minuman Pelangsing Tubuh skripsi. Teknologi Hasil Perikanan Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan Institut Pertanian Bogor. Bogor.
- Risjani. Y., M. Fahri dan Sasangka. P. 2010. Isolasi dan Identifikasi Senyawa Flavonoid Serta Uji Toksisitas Ekstrak Metanol dari Alga Coklat(*Sargassum cristaefolium*). Skripsi. FPIK. Universitas Brawijaya. Malang.
- Rizqiaty H., B.S.L. Jenie, N. Nurhidayat, C.C. Nurwitri. 2009. Karakteristik Mikrokapsul Probiotik *Lactobacillus Plantarum* Yang Dienkapsulasi Dengan Susu Skim Dan Gum Arab. Fakultas Peternakan Undip, Semarang
- Sagala ,B. 2012. Formulasi Beads Kitosan untuk System Pelepasan Obat Terkendali. Fakultas Teknik Program Studi Teknik Kimia Universitas Indonesia. Jakarta.
- Septiana, A. T., dan A. Asnani. 2012. Kajian Sifat Fisikokimia Ekstrak Rumput Laut Coklat *Sargassum duplicatum* Menggunakan Berbagai Pelarut dan Metode Ekstraksi. *Agrointek*. 6: 22-28.
- Soenardjo, N. 2011. Aplikasi Budidaya Rumput Laut *Euclidean cottonii* (Weber van Bosse) Dengan Metode Jaring Lepas Dasar (Net Bag) Model Cidaun. Jurusan Ilmu Kelautan Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan Universitas Diponegoro Semarang.
- Triana E., E. Yulianto dan Nurhidayat. 2006. Uji Viabilitas *Lactobacillus* sp. Mar 8 Terenkapsulasi. *Biodiversitas*. 7:114-117.
- Utomo, B. S. B. 2011. Prospek Pengembangan Teknologi Pengolahan Rumput Laut Indonesia. Prosiding Forum Inovasi Tek. Akuakultur. 1143-1151.
- Yuan, C. W., T. C. Wu., S. L. Hsieh., Y.H. Tsai., C. W. Yen., C. Y. Huang. 2015. Antioxidant Activity and Growth Inhibition of Human Colon Cancer Cells by Crude and Purified Fucoidan Preparation Extracted from *Sargassum Cristaeifolium*. *Journal Food and Drug Analyse*. 23. 766-777.