

**Studi Variasi Lama Pengadukan pada Pembuatan  
Mikrokapsul Sitronelal**

**SKRIPSI**

**UNIVERSITAS BRAWIJAYA**

**Oleh :**

**LIA LISTIANINGSIH**

**105090201111011**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS BRAWIJAYA  
MALANG  
2014**

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



UNIVERSITAS BRAWIJAYA



UNIVERSITAS BRAWIJAYA



**Studi Variasi Lama Pengadukan pada Pembuatan  
Mikrokapsul Sitronelal**

**SKRIPSI**

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains  
dalam bidang Kimia

**Oleh :**

**LIA LISTIANINGSIH**

**105090201111011**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS BRAWIJAYA  
MALANG  
2014**

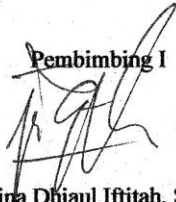
**LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI**

**Studi Variasi Lama Pengadukan pada Pembuatan Mikro kapsul  
Sitronelal**

oleh :  
**LIA LISTIANINGSIH**  
**105090201111011**

Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji  
pada tanggal .....  
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar  
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Pembimbing I



Dr. Elvina Dhiaul Iftitah, S.Si, M.Si  
NIP. 197204191997022001

Pembimbing II



Siti Mariyah Ulfa, S.Si, M.Sc, Dr.Sc  
NIP. 198104062005022009

Mengetahui,  
Ketua Jurusan Kimia  
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya



Dr. Edi Priyo Utomo, MS.  
NIP. 195712271986031003

## LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Lia Listianingsih  
NIM : 105090201111011  
Jurusan : Kimia  
Penulis skripsi berjudul:

Studi Variasi Lama Pengadukan pada Pembuatan  
Mikrokapsul Sitronelal

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub diisi dan tertulis di daftar pustaka dalam skripsi ini.
2. Apabila dikemudian hari ternyata skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, Agustus 2014  
Yang menyatakan,

(Lia Listianingsih)  
NIM. 105090201111011



# Studi Variasi Lama Pengadukan pada Pembuatan Mikrokapsul Sitronelal

## ABSTRAK

Metode mikroenkapsulasi dilakukan untuk memperlambat kecepatan penguapan sitronelal sebagai senyawa inti dalam mikrokapsul. Pada penelitian ini telah dilakukan studi tentang pengaruh lama pengadukan terhadap efisiensi penyalutan dan ukuran partikel mikrokapsul sitronelal. Mikrokapsul sitronelal dibuat dengan menggunakan penyalut kitosan dengan variasi lama pengadukan yaitu 40, 50, 60, 70 dan 80 menit. Lama pengadukan yang terbaik ditentukan dengan analisis kadar sitronelal dalam mikrokapsul menggunakan spektrofotometer infra merah (FTIR). Ukuran partikel mikrokapsul yang terbentuk dianalisa dengan Scanning Electrone Microscopy (SEM). Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa lama waktu pengadukan berpengaruh terhadap jumlah sitronelal dalam mikrokapsul. Kadar sitronelal yang terbaik didapatkan dari lama pengadukan 50 menit dengan konsentrasi sebesar 25998,72 ppm tiap 0,88 gram mikrokapsul (efisiensi 97,79%). Hasil pengukuran SEM menunjukkan ukuran mikrokapsul sitronelal menjadi semakin kecil dengan bertambahnya waktu pengadukan.

Kata kunci : Sitronelal, Mikroenkapsulasi, Lama pengadukan, Efisiensi



## **Study on Variation of Stirring Time in Construction of Microcapsules Citronellal**

### **ABSTRACT**

Microencapsulation method is conducted to decrease evaporation rate of citronellal as nucleus material in microcapsules. In this research, the study on the effect of stirring time toward coating efficiency and particle size of microcapsules citronellal has been done. Microcapsules citronellal was made using chitosan as coating material and then stirred for 40, 50, 60, 70 and 80 minutes, respectively. The best stirring time determined by analysis of concentration citronellal in microcapsules using Fourier Transformed Infra Red (FTIR). The particle size of microcapsules were analyzed by Scanning Electrone Microscopy (SEM). The result showed that stirring time influence the amount of citronellal in the microcapsules. The highest concentration of citronellal obtained after stirred for 50 minutes, that is 25998,72 ppm for every 0,88 gram microcapsule (the efficiency is 97,79%). SEM analysis showed that the size of microcapsules citronellal become smaller with increasing of stirring time.

Keywords: Citronellal, Microencapsulation, Stirring time, Efficiency

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Tuhan Yang Maha Esa yang telah melimpahkan rahmat-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Studi Variasi Lama Pengadukan pada Pembuatan Mikrokapsul Sitronelal”** sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang Kimia, di Fakultas MIPA Universitas Brawijaya Malang.

Adapun penyusunan skripsi ini tidak akan dapat terselesaikan dengan baik tanpa bantuan dan kerjasama dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan ucapan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Dr. Elvina Dhiaul Iftitah, S.Si, M.Si selaku Dosen Pembimbing I yang telah banyak memberikan saran dan bimbingan selama penyusunan proposal penelitian, pelaksanaan penelitian hingga penulisan skripsi.
2. Siti Mariyah Ulfa, S.Si, M.Sc, Dr.Sc selaku Dosen Pembimbing II yang telah banyak memberikan saran dan bimbingan selama penyusunan proposal penelitian, pelaksanaan penelitian hingga penulisan skripsi.
3. Darjito, S.Si, M.Si selaku dosen pembimbing akademik.
4. Dr. Edi Priyo Utomo, MS, selaku ketua jurusan kimia yang telah memberikan dukungan dalam proses penyelesaian skripsi.
5. Ayah, Ibu, Adik dan keluarga yang selalu mendoakan dan mendukung penulis selama penyusunan skripsi ini.
6. Heri Purwanto, Pipit Dwi Puspanila, Aninda Kartika, Ade Rumondang Mega, seluruh teman-teman kimia dan semua pihak yang telah mendukung penulis selama penyusunan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu, penulis dengan senang hati menerima kritik dan saran yang mendukung dalam meningkatkan mutu dari penulisan, sehingga dapat memperbaiki penulisan selanjutnya.

Malang, Agustus 2014

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	<b>i</b>
<b>LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI</b> .....	<b>ii</b>
<b>LEMBAR PERNYATAAN</b> .....	<b>iii</b>
<b>ABSTRAK</b> .....	<b>iv</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>v</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>vi</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>vii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>ix</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>x</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	<b>xi</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	2
1.3 Batasan Masalah .....	2
1.4 Tujuan Penelitian .....	2
1.5 Manfaat Penelitian .....	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	<b>5</b>
2.1 Sitronelal .....	5
2.2 Kitosan .....	5
2.3 Mikroenkapsulasi .....	6
2.4 <i>Freeze Dryer</i> .....	8
2.5 Analisis dengan FTIR .....	9
2.6 Analisis dengan SEM .....	10
2.7 Hipotesis .....	11
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b> .....	<b>13</b>
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian .....	13
3.1.1 Tempat penelitian .....	13
3.1.2 Waktu penelitian .....	13
3.2 Bahan dan Alat Penelitian .....	13
3.2.1 Bahan penelitian .....	13
3.2.2 Alat penelitian .....	13
3.3 Tahapan Penelitian .....	13
3.4 Prosedur Kerja .....	14

3.4.1 Pembuatan mikrokapsul sitronelal .....	14
3.4.2 Penentuan kadar sitronelal dalam mikrokapsul dengan FTIR .....	14
3.4.3 Penentuan ukuran partikel mikrokapsul dengan SEM ( <i>Scanning Electrone Microscopy</i> ) .....	15
3.5 Analisa Data .....	15
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>17</b>
4.1 Mikroenkapsulasi Sitronelal .....	17
4.2 Pengaruh Lama Pengadukan pada Pembuatan Mikrokapsul Sitronelal .....	18
4.2.1 Penentuan Kadar Sitronelal dengan FTIR .....	19
4.2.2 Penentuan Ukuran Mikrokapsul dengan SEM .....	20
4.3 Efektifitas Mikrokapsul Sitronelal .....	22
<b>BAB V PENUTUP .....</b>	<b>25</b>
5.1 Kesimpulan .....	25
5.2 Saran .....	25
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>27</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>33</b>

## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar 2.1</b> Struktur sitronelal .....	5
<b>Gambar 2.2</b> Struktur kitin .....	6
<b>Gambar 2.3</b> Struktur kitosan .....	6
<b>Gambar 2.4</b> Profil permukaan mikrokapsul ketoprofen .....	11
<b>Gambar 4.1</b> Perkiraan mekanisme reaksi mikroenkapsulasi sitronelal .....	17
<b>Gambar 4.2</b> Mikrokapsul sitronelal .....	18
<b>Gambar 4.3</b> Kurva baku sitronelal .....	19
<b>Gambar 4.4</b> Profil permukaan (morfologi) mikrokapsul sitronelal .....	20



## DAFTAR TABEL

<b>Tabel 2.1</b> Bilangan gelombang sitronelal .....	10
<b>Tabel 3.1</b> Nilai absorbansi untuk kurva standar sitronelal .....	15
<b>Tabel 3.2</b> Nilai transmittan, absorbansi dan kadar sitronelal dalam mikro kapsul .....	15
<b>Tabel 3.3</b> Ukuran Partikel Mikro kapsul .....	16
<b>Tabel 4.1</b> Berat mikro kapsul sitronelal .....	18
<b>Tabel 4.2</b> Nilai serapan C=O ( $1745,46\text{ cm}^{-1}$ ) mikro kapsul sitronelal berdasarkan variasi lama pengadukan .....	19
<b>Tabel 4.3</b> Nilai efisiensi mikroenkapsulasi sitronelal .....	22





## DAFTAR LAMPIRAN

<b>A. Diagram Alir</b> .....	<b>33</b>
A.1 Pembuatan mikrokapsul sitronelal .....	33
A.2 Analisis kadar sitronelal dalam mikrokapsul sitronelal dengan FTIR .....	33
A.2.1 Membuat kurva baku sitronelal .....	33
A.2.2 Analisis kadar sitronelal dalam mikrokapsul dengan FTIR .....	34
A.3 Analisis ukuran partikel mikrokapsul dengan SEM .....	34
<b>B. Perhitungan Konsentrasi Sitronelal untuk Kurva Baku</b> .....	<b>35</b>
B.1 Sitronelal 100ppm .....	35
B.2 Sitronelal 150ppm .....	35
B.3 Sitronelal 200ppm .....	35
B.4 Sitronelal 250ppm .....	35
B.5 Sitronelal 300ppm .....	35
<b>C. Perhitungan Konsentrasi Sitronelal dalam Mikrokapsul</b> .....	<b>36</b>
C.1 Konsentrasi Sitronelal dalam Sampel a (lama pengadukan 40 menit) .....	36
C.2 Konsentrasi Sitronelal dalam Sampel b (lama pengadukan 50 menit) .....	36
C.3 Konsentrasi Sitronelal dalam Sampel c (lama pengadukan 60 menit) .....	36
C.4 Konsentrasi Sitronelal dalam sampel d (lama pengadukan 70 menit) .....	36
C.5 Konsentrasi Sitronelal dalam sampel e (lama pengadukan 80 menit) .....	37
<b>D. Data Hasil FTIR</b> .....	<b>38</b>
D.1 Tabel Hasil FTIR Kurva Baku Sitronelal .....	38
D.2 Tabel Hasil FTIR Sampel Mikrokapsul Sitronelal .....	38
D.3 Tabel Berat Mikrokapsul Sitronelal .....	38
D.4 Tabel Ukuran Partikel Mikrokapsul Sitronelal .....	39



<b>E.</b>	<b>Gambar Spektra IR Sitronelal .....</b>	<b>40</b>
E.1	Sitronelal 100ppm .....	40
E.2	Sitronelal 150ppm .....	40
E.3	Sitronelal 200ppm .....	40
E.4	Sitronelal 250ppm .....	41
E.5	Sitronelal 300ppm .....	41
<b>F.</b>	<b>Gambar Spektra IR Mikrokapsul Sitronelal .....</b>	<b>42</b>
F.1	Sampel a (lama pengadukan 40 menit) .....	42
F.2	Sampel b (lama pengadukan 50 menit) .....	42
F.3	Sampel c (lama pengadukan 60 menit) .....	42
F.4	Sampel d (lama pengadukan 70 menit) .....	43
F.5	Sampel e (lama pengadukan 80 menit) .....	43
<b>G.</b>	<b>Dokumentasi Kegiatan .....</b>	<b>44</b>
G.1	Proses <i>Shakker</i> .....	44
G.2	Proses <i>Freeze Dryer</i> .....	44
G.3	Proses Pengcoatingan Mikrokapsul .....	45
G.4	Gambar Mikrokapsul Sitronelal .....	45

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Minyak atsiri merupakan suatu senyawa yang memiliki aroma yang terkandung dalam tanaman. Minyak atsiri disebut juga sebagai minyak menguap, minyak eteris atau esensial (*essential oil, volatile oil*) karena pada temperatur kamar mudah menguap. Pada umumnya minyak atsiri larut dalam pelarut organik dan tidak dapat larut dalam air [1]. Minyak atsiri yang digunakan dalam penelitian ini adalah sitronelal.

Sitronelal merupakan senyawa monoterpena yang mempunyai gugus fungsi aldehid, ikatan rangkap dan rantai karbon yang memungkinkan mengalami siklisasi aromatisasi. Sitronelal diperoleh dari hasil isolasi minyak sereh yang diperoleh dari minyak atsiri daun sereh tanaman *Cymbopogon winterianus* [2]. Salah satu sifat sitronelal sebagai minyak atsiri adalah mudah menguap pada temperatur ruang.

Sifat sitronelal yang mudah menguap dalam temperatur ruang ini dapat dikendalikan menggunakan teknik mikroenkapsulasi. Mikroenkapsulasi adalah teknik yang digunakan untuk melapisi suatu senyawa yang mudah bereaksi dengan suatu polimer yang berukuran mikron [3]. Polimer yang digunakan pada penelitian ini adalah kitosan yang merupakan biopolimer alami turunan dari kitin. Kitosan mempunyai keunggulan bersifat *biodegradable* dan *biocompatible* serta tidak beracun untuk hewan maupun manusia [4].

Pada penelitian yang telah dilakukan oleh Hsieh, 2006 [4] diperoleh efisiensi mikrokapsul sitronelal dari proses mikroenkapsulasi dengan kitosan sebesar 98,2%. Dari penelitian tersebut dapat diketahui beberapa faktor yang mempengaruhi kondisi optimum mikrokapsul yang terbentuk, antara lain: konsentrasi kitosan, konsentrasi NaOH serta kecepatan pengadukan emulsi. Kondisi optimum yang diperoleh yaitu pada konsentrasi kitosan 0,5%, konsentrasi NaOH 1% dan kecepatan pengadukan 800rpm. Sedangkan pada penelitian yang dilakukan oleh Herdini, 2010 [5] diperoleh efisiensi mikrokapsul kurkumin dari proses mikroenkapsulasi dengan kitosan-alginat sebesar 38,58%. Faktor-

faktor yang mempengaruhi kondisi optimum mikrokapsul kurkumin tersebut adalah konsentrasi alginat dan glutaraldehida. Kondisi optimum yang diperoleh yaitu pada konsentrasi alginat 0,625% dan konsentrasi glutaraldehida sebesar 4,5%.

Berdasarkan penelitian tersebut, maka pada penelitian kali ini akan dilakukan pembuatan mikrokapsul sitronelal dengan kitosan dengan variasi lama waktu pengadukan. Analisis kadar sitronelal yang terkandung di dalam mikrokapsul dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer infra merah (FTIR). Sedangkan ukuran partikel mikrokapsul dianalisis dengan menggunakan metode SEM (*Scanning Electrone Microscopy*).

## **1.2 Perumusan Masalah**

Berdasarkan uraian latar belakang yang ada di atas, dapat dirumuskan masalah sebagai berikut :

1. Bagaimanakah pengaruh lama pengadukan pada proses pembuatan mikrokapsul terhadap banyaknya (kadar) sitronelal yang ada di dalam mikrokapsul?
2. Bagaimanakah pengaruh lama pengadukan pada proses pembuatan mikrokapsul terhadap ukuran partikel mikrokapsul sitronelal yang terbentuk?

## **1.3 Batasan Masalah**

Berdasarkan perumusan masalah di atas maka pada penelitian ini memiliki batasan masalah sebagai berikut :

1. Lama pengadukan optimum ditentukan berdasarkan uji kadar sitronelal dengan FTIR.
2. Ukuran partikel mikrokapsul ditentukan dengan analisa SEM (*Scanning Electrone Microscopy*).

## **1.4 Tujuan Penelitian**

Tujuan penelitian ini adalah :

1. Mengetahui pengaruh lama pengadukan pada proses pembuatan mikrokapsul terhadap banyaknya (kadar) sitronelal yang terdapat di dalam mikrokapsul.
2. Mengetahui pengaruh lama pengadukan pada proses pembuatan mikrokapsul terhadap ukuran partikel mikrokapsul yang terbentuk.

### 1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat penelitian ini adalah mempelajari pengaruh lama pengadukan pada proses pembuatan mikrokapsul terhadap banyaknya (kadar) sitronelal yang ada di dalam mikrokapsul dan ukuran partikel mikrokapsul yang terbentuk.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



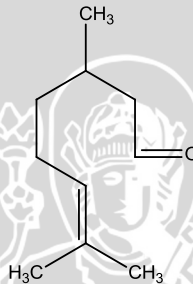
UNIVERSITAS BRAWIJAYA



## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Sitronelal

Sitronelal merupakan salah satu minyak atsiri yang dapat diisolasi dari minyak serih dengan cara distilasi fraksional pengurangan tekanan atau dengan menggunakan  $\text{NaHSO}_3$ . Sitronelal memiliki berat molekul 154,24 dengan rumus moleku  $\text{C}_{10}\text{H}_{18}$ . Struktur dari senyawa sitronelal adalah seperti pada **Gambar 2.1** [6]:



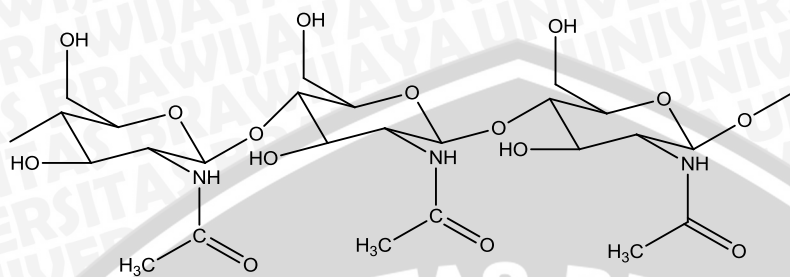
**Gambar 2.1** Struktur sitronelal

Pada tekanan 1 atm dan temperatur kamar sitronelal berbentuk cair dengan berat jenis 0,8480-0,8560  $\frac{\text{g}}{\text{mL}}$ . Pada temperatur 20°C sitronelal memiliki indeks bias 1,4460. Sitronelal bersifat mudah menguap, sedikit larut dalam air dan mudah larut dalam pelarut alkohol dan eter [7].

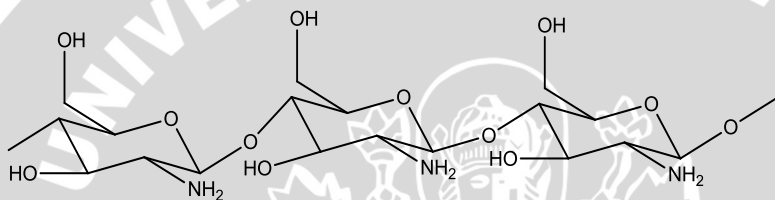
### 2.2 Kitosan

Kitosan merupakan suatu biopolimer alami turunan dari kitin. Kitosan diperoleh dari hasil deasetilasi kitin dengan basa dan ekstraksi dari kitin [8]. Kitin merupakan poli-N-asetil-glukosamin. Struktur dari kitin dan kitosan adalah sebagai berikut [9]:





**Gambar 2.2** Struktur kitin



**Gambar 2.3** Struktur kitosan

Kitosan bersifat sebagai polimer kationik yang tidak larut dalam air dan larut dalam larutan alkali dengan pH di atas 6,5. Kitosan mudah larut dalam pelarut asam organik seperti asam asetat, asam formiat dan asam sitrat [10]. Kitosan memiliki lebih banyak kandungan nitrogen dari pada kitin. Gugus amina dan hidroksil pada kitosan membuat kitosan bersifat lebih aktif dan polikationik [11].

Pada saat ini kitosan banyak dimanfaatkan dalam dunia pangan, medis, farmasi, dan bioteknologi [12]. Kitosan banyak digunakan karena bersifat biokompatibel dan biodegradabel [13].

### 2.3 Mikroenkapsulasi

Mikroenkapsulasi merupakan proses pembentukan dinding untuk menyelubungi material inti. Proses ini akan menghasilkan suatu bentuk sediaan yang disebut dengan mikrokapsul. Mikrokapsul merupakan suatu partikel kecil yang mengandung zat aktif yang diselubungi oleh penyalut. Mikrokapsul memiliki diameter antara 3-800  $\mu\text{m}$  dan mengandung 10-95% berat inti [14].



Mikroenkapsulasi merupakan teknik yang digunakan untuk melapisi suatu senyawa (yang berwujud padat, cair, maupun gas) dengan suatu polimer yang berukuran sangat kecil (mikron). Enkapsulasi dalam ukuran kecil memiliki banyak keuntungan, diantaranya melindungi senyawa dari penguraian dan mengendalikan pelepasan senyawa aktif, misalnya obat. Senyawa aktif yang dienkapsulasi pada umumnya mudah bereaksi dengan senyawa lain, cenderung tidak stabil, atau memiliki waktu paruh eliminasi yang singkat. Proses enkapsulasi juga memungkinkan perubahan bentuk suatu cairan menjadi padatan. Senyawa aktif dapat terletak tepat di tengah-tengah kapsul dan bertindak sebagai intinya [3]. Faktor-faktor yang mempengaruhi keberhasilan proses pembentukan mikroenkapsulasi adalah sifat fisika kimia bahan inti dan bahan penyalut, tahap mikroenkapsulasi, sifat dan struktur dinding mikrokapsul serta kondisi pembentukan mikrokapsul. Sedangkan ukuran diameter partikel mikrokapsul dipengaruhi oleh ukuran bahan inti, jenis dan konsentrasi yang digunakan [14].

Polimer yang bisa digunakan pada proses enkapsulasi suatu senyawa aktif adalah yang bersifat biokompatibel dan biodegradabel. Hal ini dikarenakan kapsul yang dihasilkan baik secara langsung ataupun tidak langsung akan bereaksi dengan tubuh sehingga mengurangi dampak negatif terhadap tubuh. Selain itu, polimer sebagai penyalut tidak boleh bereaksi secara kimia dengan senyawa aktif yang disalut. Contoh polimer yang dapat digunakan untuk proses enkapsulasi adalah kitosan, alginat, dan etilselulosa [3].

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Hsieh, 2006 [4] polimer yang digunakan untuk pembentukan mikrokapsul sitronelal adalah kitosan. Pada proses pembentukan mikrokapsul ini dipengaruhi oleh beberapa faktor, diantaranya adalah konsentrasi kitosan, konsentrasi NaOH dan kecepatan pengadukan serta penambahan minyak kelapa sebagai surfaktan. Kondisi optimum mikrokapsul diperoleh pada konsentrasi kitosan 0,5%; konsentrasi NaOH 1% dan kecepatan pengadukan sebesar 800 rpm. Ketika konsentrasi kitosan nya 0,5%; 1% dan 1,5% diperoleh efisiensi mikrokapsul sebesar 98,2%; 95,8% dan 94,7%. Kecepatan pengadukan pada proses mikroenkapsulasi ini mempengaruhi ukuran partikel mikrokapsul yang terbentuk. Semakin besar kecepatan pengadukan pada proses mikroenkapsulasi maka ukuran partikel

mikrokapsul semakin kecil. Hal ini mengakibatkan kecepatan penguapan sitronelal menjadi lebih cepat dari pada mikrokapsul dengan ukuran partikel lebih besar karena luas total permukaan mikrokapsul semakin luas.

#### 2.4 Pengerinan Beku (*FREEZE DRYER*)

Pengerinan bahan alam yang peka terhadap suhu membutuhkan suatu metode khusus agar produk tersebut dapat terhindar dari degradasi atau dekomposisi oleh suhu, reaksi oksidasi, maupun reaksi enzimatik [15].

*Freeze vacuum drying* (pengerinan beku vakum) adalah suatu proses pengerinan di mana larutan akan mengalami proses pemvakuman untuk menurunkan tekanan sehingga menjadi kristal es dan menambahkan panas agar es yang terbentuk dapat mengalami sublimasi menjadi gas. Proses pengerinan beku dilakukan dengan menurunkan suhu sampai mencapai fase padat dan dilanjutkan dengan menurunkan tekanan hingga mencapai fase uap [16]. Proses pengerinan ini terdiri dari tiga tahap, yaitu tahap pembekuan vakum (*vacuum freezing*), tahap pengerinan awal dan tahap pengerinan lanjut. Pada tahap pembekuan menggunakan pembekuan cepat vakum dengan prinsip kerja yang sesuai dengan diagram hubungan antara tekanan dengan air. Selanjutnya adalah proses sublimasi (proses pengerinan primer) yaitu proses perubahan dari padat (es) menjadi gas. Proses ketiga yaitu pengerinan lanjut (pengerinan sekunder). Proses ini merupakan akhir dari proses pengerinan beku vakum dimana kandungan air yang tersisa akan tersublimasi. Selain ketiga proses tersebut, terdapat juga proses pendukung yaitu proses penangkapan uap air dengan menggunakan gas nitrogen ( $N_2$ ). Proses ini bertujuan untuk menangkap uap air agar gas yang mengandung uap air tidak dapat masuk ke dalam pompa vakum yang menyebabkan kerusakan pada pompa vakum [17]. Proses pengerinan beku ini pada umumnya dilakukan dengan menggunakan air sebagai pelarutnya [18].

Tujuan dari pengerinan beku ini adalah untuk menghasilkan bahan yang mempunyai stabilitas yang baik dan tidak berubah setelah dicampur dengan air kembali [18]. Pengerinan beku vakum ini dapat mempertahankan nutrisi atau kandungan gizi, warna, rasa

dan strukturnya. Kelebihan dari pengeringan beku vakum dibandingkan dengan teknik pengering lainnya adalah [19]:

- Proses pengeringan pada temperatur rendah dapat mengurangi kerusakan material yang tidak tahan panas
- Jumlah kandungan uap air produk dapat dikontrol pada saat proses
- Produk kering mempunyai struktur yang bagus

## 2.5 Analisis dengan FTIR

Spektrofotometer infra merah (FTIR) merupakan alat yang digunakan untuk mengidentifikasi gugus-gugus fungsi yang terkandung di dalam suatu sampel. FTIR juga dapat digunakan untuk menentukan kualitas dan kuantitas suatu senyawa dalam suatu campuran. Analisis FTIR dilakukan pada daerah bilangan gelombang  $450-4000\text{ cm}^{-1}$ . Prinsip kerja dari FTIR adalah radiasi IR melewati sampel dimana sebagian akan diserap dan sebagian akan diteruskan melewati transmitan dan menghasilkan spektrum [20].

Pada umumnya spektrofotometer infra merah digunakan untuk analisis secara kualitatif, tetapi spektrofotometer infra merah juga dapat digunakan untuk melakukan analisis secara kuantitatif. Persyaratan analisis suatu campuran secara kuantitatif yaitu adanya pita serapan yang unik dan kuat serta tidak terganggu oleh komponen lain yang ada di dalam cuplikan. Penentuan secara kuantitatif dilakukan dengan membandingkan pita serapan yang unik dengan puncak serapan infra merah yang sama dari komponen murninya yang telah diketahui konsentrasinya [21].

Analisis kuantitatif dengan spektrofotometer infra merah hampir sama dengan analisis kuantitatif dengan menggunakan spektrofotometer ultraviolet dan tampak [19] yaitu dengan membuat kurva baku senyawa murninya terlebih dahulu. Kemudian diukur absorbansi senyawa campurannya dan diinterpolasikan pada kurva baku senyawa murni yang telah terbentuk [22].

Oleh karena itu, pada penelitian kali ini akan dilakukan analisis sitronelal murni dan sitronelal yang telah dimikroenkapsulasi dengan menggunakan spektrofotometer IR sehingga diperoleh prosentase transmitannya yang akan diubah menjadi absorbansi. Absorbansi sampel yang diperoleh diinterpolasikan pada kurva baku

sitronelal murni. Berikut merupakan tabel bilangan gelombang sitronelal:

**Tabel 2.1** Bilangan gelombang sitronelal [23]

Serapan ikatan	Bilangan gelombang (cm <sup>-1</sup> )
C=O regang	1728,22
C-H	2715,77

Konsentrasi suatu senyawa di dalam serapan spektrofotometer dapat ditentukan dengan pengukuran absorbansi (A) sesuai dengan hukum **Lambert Beer** yaitu  $A = abc$ . Dimana A merupakan absorbansi, a merupakan absorptivitas sampel, b merupakan ketebalan sampel dan c merupakan konsentrasi sampel. Apabila ketebalan sampel (b) konstan dan nilai absorptivitas sampel (a) konstan, maka  $A = c$  [24]. Pada umumnya informasi absorbansi IR ditunjukkan dalam bentuk spektra hubungan bilangan gelombang dengan persen transmitan. Dimana bilangan gelombang sebagai sumbu x dan persen transmitan sebagai sumbu y. Hubungan antara absorbansi dan persen transmitan dapat dituliskan dengan persamaan sebagai berikut [25]:

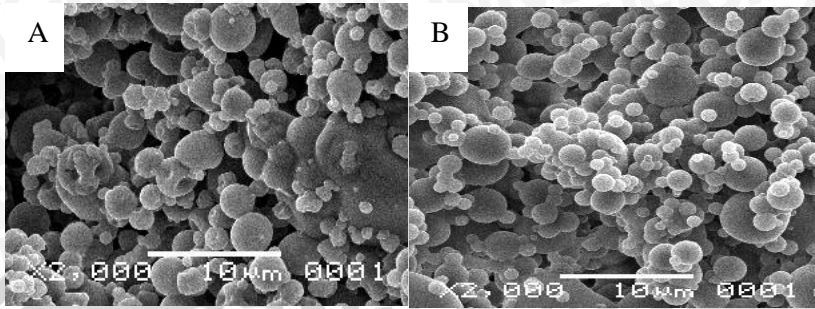
$$A = \log_{10}(1/T) = -\log_{10}T$$

## 2.6 Analisis dengan SEM (*Scanning Electrone Microscopy*)

Analisis menggunakan SEM dilakukan untuk mengamati struktur morfologi komponen di dalam suatu senyawa [26]. SEM sangat cocok untuk digunakan dalam situasi yang membutuhkan pengamatan permukaan kasar dengan pembesaran berkisar antara 20 kali sampai 500.000 kali [27].

Berdasarkan penelitian Sugita, 2010 [28] analisis dengan menggunakan SEM dapat digunakan untuk membedakan suatu mikrokapsul yang terisi oleh suatu senyawa atau tidak. Partikel yang tidak terisi oleh ketoprofen memiliki bentuk bulat agak keriput, sedangkan partikel yang terisi oleh ketoprofen memiliki bentuk bulat sempurna seperti **Gambar 2.4**. Selain itu, analisis dengan metode SEM juga dapat mengetahui ukuran dari partikel tersebut sehingga dapat digunakan untuk menentukan partikel terbaik dengan membandingkan beberapa profil permukaan yang ada dari partikel yang berbeda-beda.

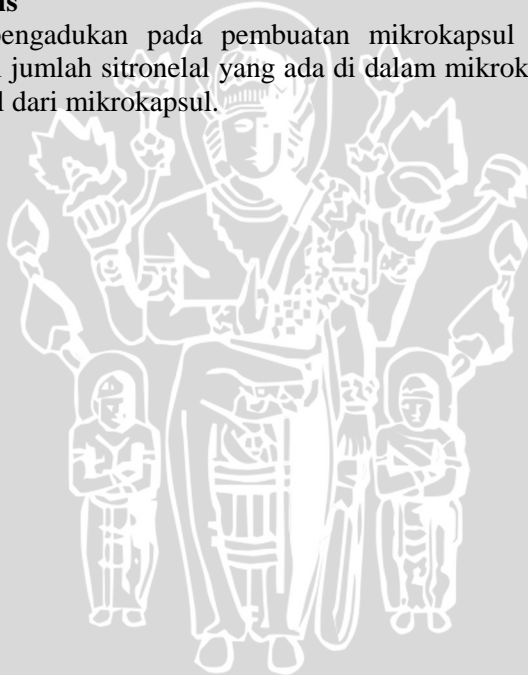




**Gambar 2.4** Profil permukaan mikrokapsul ketoprofen  
(A:mikrokapsul kosong, B:mikrokapsul ketoprofen)

## 2.7 Hipotesis

Lama pengadukan pada pembuatan mikrokapsul sitronelal mempengaruhi jumlah sitronelal yang ada di dalam mikrokapsul dan ukuran partikel dari mikrokapsul.



UNIVERSITAS BRAWIJAYA



## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Tempat dan Waktu Penelitian**

##### **3.1.1 Tempat penelitian**

Penelitian dilaksanakan di Laboratorium Kimia Organik, Jurusan Kimia, FMIPA Universitas Brawijaya Malang. Pengeringan mikrokapsul sitronelal basah yang diperoleh dilakukan di Laboratorium TDC (*Tropical Disease Center*) Universitas Airlangga Surabaya. Sedangkan analisis sampel dan hasil penelitian dengan Spektrofotometer IR di Laboratorium Instrumen Kimia Universitas Brawijaya. Sedangkan analisis ukuran pori partikel mikrokapsul sitronelal dengan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dilakukan di Laboratorium BioSains Universitas Brawijaya Malang.

##### **3.1.2 Waktu penelitian**

Penelitian dilaksanakan mulai bulan Februari 2014 sampai dengan Mei 2014.

#### **3.2 Bahan dan Alat Penelitian**

##### **3.2.1 Bahan penelitian**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sitronelal dari emerck, kitosan sintetis, asam asetat 1%, NaOH p.a, aquades dan minyak kelapa.

##### **3.2.2 Alat penelitian**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, motor rotary dan stirer, shaker, sentrifuse, timbangan, botol sampel, aluminium foil, kertas saring, FREEZE DRYER MODEL FD-81, FTIR-8400S SHIMADZU dan seperangkat alat SEM TM3000 HITACHI.

#### **3.3 Tahapan Penelitian**

Tahapan penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Pembuatan mikrokapsul sitronelal
2. Penentuan kadar sitronelal dalam mikrokapsul dengan FTIR
3. Penentuan ukuran partikel mikrokapsul dengan SEM (*Scanning Electrone Microscopy*)
4. Analisa data.



### 3.4 Prosedur Kerja

#### 3.4.1 Pembuatan mikrokapsul sitronelal

Mengacu pada penelitian yang telah dilakukan oleh Hsieh, 2006 [4], 4 mL sitronelal dituangkan ke dalam 40 mL larutan kitosan dengan konsentrasi 0,5%. Kemudian campuran sitronelal dengan larutan kitosan dihomogenkan dengan menggunakan shaker dengan variasi waktu pengadukan 40, 50, 60, 70 dan 80 menit. Kemudian, shaker dimatikan dan campuran sitronelal dengan kitosan ditambah padatan NaOH 1% dan diaduk pelan hingga padatan NaOH larut sempurna serta terbentuk endapan. Endapan yang terbentuk dicuci dengan aquades sebanyak dua kali dan disentrifugasi. Endapan yang diperoleh direndam dengan minyak kelapa sebanyak 5% dari endapan yang diperoleh selama 10 hari. Kemudian endapan dikeringkan dengan menggunakan *Freeze Dryer* dan dianalisis dengan menggunakan spektrofotometer IR dan SEM (*Scanning Electron Microscopy*).

#### 3.4.2 Penentuan kadar sitronelal dalam mikrokapsul dengan FTIR

Analisis dengan FTIR dilakukan dengan cara membuat kurva baku sitronelal terlebih dahulu yang kemudian digunakan untuk menentukan kadar sitronelal yang terkandung di dalam sampel mikrokapsul. Kurva baku sitronelal dibuat sebanyak lima variasi konsentrasi larutan sitronelal yaitu 100 ppm, 150 ppm, 200 ppm, 250 ppm dan 300 ppm dalam pelarut karbon tetraklorida ( $CCl_4$ ). Kemudian larutan sitronelal dengan lima variasi tersebut ditetaskan pada *pellet* KBr sebanyak 2 tetes dan diukur serapan transmisinya dengan FTIR. Selanjutnya %transmisinya diubah menjadi absorbansi dengan menggunakan persamaan  $A = -\log \%T$ . Setelah diperoleh nilai absorbansinya, dibuat kurva baku dimana sumbu  $x$  sebagai konsentrasi (ppm) dan sumbu  $y$  sebagai absorbansi.

Analisis sampel mikrokapsul dengan FTIR dilakukan dengan cara mikrokapsul sitronelal digerus dan ditimbang sebanyak 0,01 gram kemudian dilarutkan dalam pelarut KBr sebanyak 0,07 gram dan dibuat dalam bentuk *pellet*. Pengukuran dilakukan pada range bilangan gelombang 400 hingga 4000  $cm^{-1}$ . Penentuan kadar sitronelal dalam sampel dilakukan dengan mengubah %transmitan yang diperoleh menjadi absorbansi dengan persamaan  $A =$

– log %*T*. Setelah itu, nilai absorbansi tersebut diinterpolasikan pada kurva baku sitronelal yang telah dibuat.

### 3.4.3 Penentuan ukuran partikel mikrokapsul dengan SEM (*Scanning Electrone Microscopy*)

Penentuan ukuran partikel mikrokapsul sitronelal yang terbentuk dengan menggunakan analisis SEM. Analisis dengan SEM dilakukan dengan cara melapisi sampel mikrokapsul (*coating*) dengan Pt atau Au kemudian dimasukkan dalam kolom SEM. *Image* sampel diambil pada perbesaran hingga 300-1200 kali.

### 3.5 Analisa Data

Data yang didapat pada penelitian ini berupa nilai transmittan dari sitronelal murni dengan sitronelal dalam sampel (mikrokapsul). Nilai transmittan tersebut diubah menjadi nilai absorbansi kemudian nilai absorbansi dari sitronelal murni dibuat kurva baku dan nilai absorbansi sitronelal dalam sampel diinterpolasikan pada kurva baku sitronelal sehingga diperoleh kadar sitronelal dalam sampel mikrokapsul. Berikut merupakan tabel kurva untuk kurva baku sitronelal dan tabel nilai transmittan, absorbansi dan kadar dari masing-masing sampel:

**Tabel 3.1** Nilai absorbansi untuk kurva baku sitronelal

No	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
1	100	
2	150	
3	200	
4	250	
5	300	

**Tabel 3.2** Nilai transmittan, absorbansi dan kadar sitronelal dalam mikrokapsul

No	Lama pengadukan (menit)	Transmittan (%)	Absorbansi	Kadar (ppm)
1	40			
2	50			
3	60			
4	70			

No	Lama pengadukan (menit)	Transmitan (%)	Absorbansi	Kadar (ppm)
5	80			

Dari tabel di atas maka dapat dihitung kadar sitronelal dalam sampel dengan cara menginterpolasikan nilai absorbansi dari sitronelal dalam sampel mikrokapsul pada kurva baku sitronelal.

Ukuran partikel dari mikrokapsul diamati dengan menggunakan SEM. Dengan analisis SEM ini dapat diketahui ukuran partikel mikrokapsul yang terbuat. Berikut merupakan tabel ukuran partikel dari mikrokapsul sitronelal:

**Tabel 3.3** Ukuran partikel mikrokapsul

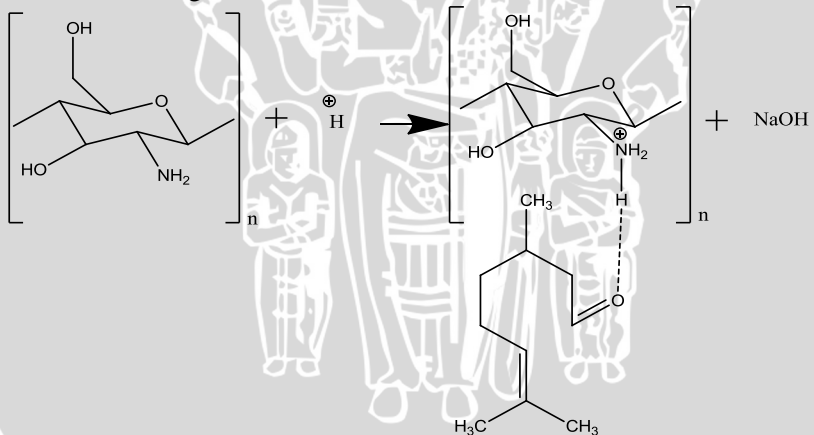
No	Lama pengadukan (menit)	Diameter partikel ( $\mu\text{m}$ )
1	40	
2	50	
3	60	
4	70	
5	80	

## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Mikroenkapsulasi Sitronelal

Mikroenkapsulasi sitronelal merupakan suatu proses yang bertujuan untuk membentuk dinding dengan menggunakan kitosan yang dapat menyalut sitronelal sebagai material inti. Tahapan proses mikroenkapsulasi sitronelal dengan kitosan dilakukan dengan penambahan NaOH sebagai agen pengeras dan minyak kelapa sebagai larutan perendam.

Perkiraan mekanisme reaksi yang berlangsung selama proses mikroenkapsulasi sitronelal diusulkan seperti dalam **Gambar 4.1**. Kitosan dilarutkan dalam asam asetat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) agar gugus amino ( $\text{NH}_2$ ) pada kitosan terprotonasi menjadi ion amonium ( $\text{NH}_3^+$ ). Atom H dari  $\text{NH}_3^+$  berinteraksi dengan atom O dari sitronelal membentuk ikatan hidrogen. Penambahan NaOH mengakibatkan terbentuknya mikrokapsul sitronelal berupa padatan berwarna putih. Perendaman dengan minyak kelapa selama 10 hari untuk mengetahui efek dispersi dimana ion-ion positif dan negatif minyak kelapa akan berinteraksi dengan ion  $\text{CH}_3\text{COO}^-$ .



**Gambar 4.1** Perkiraan mekanisme reaksi mikroenkapsulasi sitronelal

Selanjutnya mikrokapsul sitronelal yang terbentuk dikeringkan dengan metode *freeze dryer*. Hasil yang diperoleh berupa serbuk berwarna putih seperti disajikan pada **Gambar 4.2**:



**Gambar 4.2** Mikrokapsul sitronelal

Salah satu faktor yang menentukan dalam proses pembuatan mikrokapsul sitronelal dengan kitosan sebagai penyalut adalah lamanya waktu pengadukan. Berikut adalah grafik berbagai variasi lama waktu pengadukan terhadap berat mikrokapsul sitronelal yang dihasilkan (**Tabel 4.1**).

**Tabel 4.1** Berat mikrokapsul sitronelal

No	Nama sampel	Lama pengadukan (menit)	Berat (gram)
1	A	40	0,86
2	B	50	0,88
3	C	60	1,13
4	D	70	1,72
5	E	80	1,5

**Tabel 4.1** menunjukkan adanya kenaikan berat mikrokapsul sitronelal seiring dengan bertambahnya lama waktu pengadukan. Pengadukan selama 70 menit menghasilkan berat mikrokapsul yang paling besar yaitu 1,72 gram.

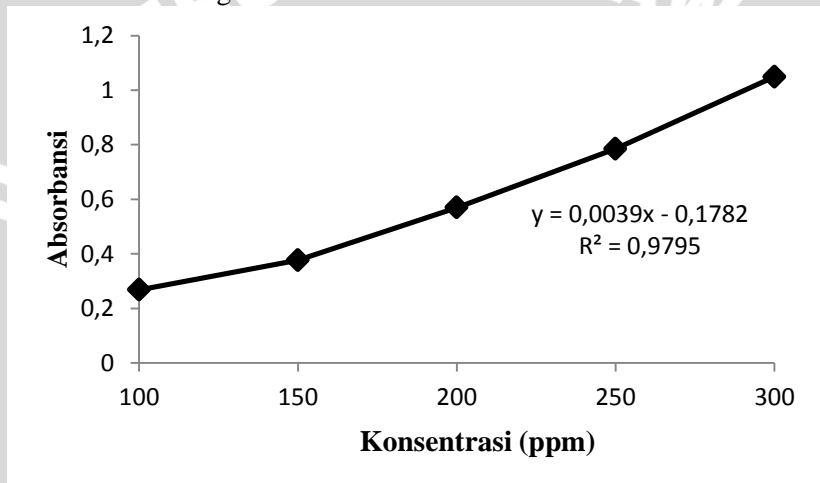
#### **4.2 Pengaruh Lama Pengadukan pada Pembuatan Mikrokapsul Sitronelal**

Sitronelal sebagai material inti yang disalut oleh kitosan dengan proses mikroenkapsulasi perlu diketahui kadarnya dan profil permukaan dari partikel mikrokapsul yang terbentuk. Kadar sitronelal dianalisis dengan menggunakan FTIR dan profil permukaan mikrokapsul dianalisis dengan SEM.



#### 4.2.1 Penentuan kadar sitronelal dengan FTIR

Analisis kuantitatif dengan FTIR dilakukan untuk mengetahui kadar sitronelal dalam mikrokapsul. Hal ini dilakukan dengan menyiapkan larutan baku sitronelal menggunakan pelarut  $\text{CCl}_4$  dengan konsentrasi sitronelal 100 ppm hingga 300 ppm. Kemudian mengukur absorbansi serapan  $\text{C}=\text{O}$  menggunakan FTIR. Nilai absorbansi yang didapatkan digunakan untuk menentukan konsentrasi sitronelal yang tersalut dalam mikrokapsul menggunakan persamaan Lambert Beer. Kurva baku sitronelal disajikan dalam **Gambar 4.3** sebagai berikut.



**Gambar 4.3** Kurva baku sitronelal

Kurva baku tersebut digunakan untuk membaca nilai absorbansi dari sampel mikrokapsul yang terbentuk. Konsentrasi sitronelal yang tersalut disajikan pada **Tabel 4.2**.

**Tabel 4.2** Nilai serapan  $\text{C}=\text{O}$  ( $1745,46 \text{ cm}^{-1}$ ) mikrokapsul sitronelal berdasarkan variasi lama pengadukan

Nama sampel*	Spektrum FTIR		Konsentrasi sitronelal (ppm)
	%T	A	
A	23,331	0,632	207,74
B	10,5988	0,974	295,44
C	16,31	0,788	247,74
D	16,424	0,785	246,97

Nama sampel *	Spektrum FTIR		Konsentrasi sitronelal (ppm)
	%T	A	
E	15,671	0,805	252,10

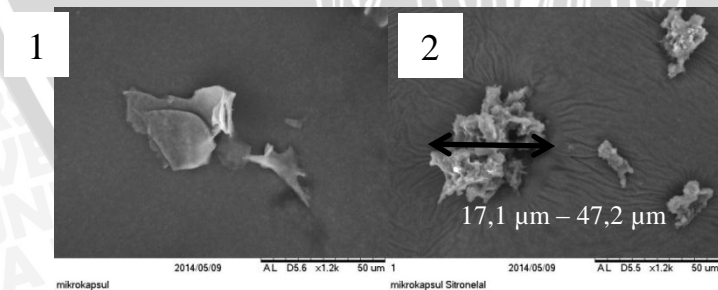
\*A: lama pengadukan 40 menit, B: 50 menit, C: 60 menit, D: 70 menit, dan E: 80 menit

Berdasarkan **Tabel 4.2** dapat diketahui bahwa pada sampel A dan B mengalami peningkatan kadar sitronelal dari 207,74 ppm menjadi 295,44 ppm. Namun demikian pada sampel B dan C mengalami penurunan kadar sitronelal dari 295,44 ppm menjadi 247,74 ppm. Peningkatan kadar sitronelal (A → B) dikarenakan terdapat hubungan antara lama pengadukan dengan kadar sitronelal yang dapat tersalut oleh kitosan. Waktu pengadukan yang semakin lama menyebabkan semakin banyak sitronelal yang dapat tersalut oleh kitosan. Akan tetapi, setelah pengadukan selama 60 menit (B → C) rantai polimer yang terbentuk semakin panjang sehingga proses penyalutan sitronelal oleh kitosan menjadi kurang sempurna.

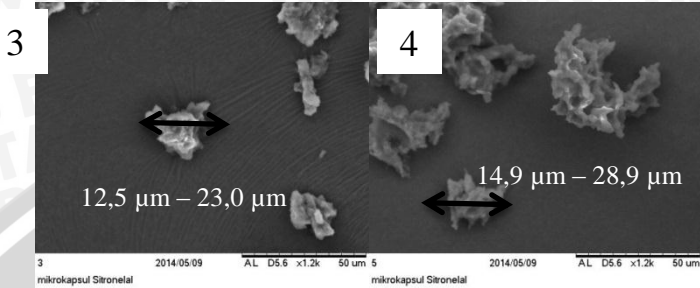
Selain itu, penurunan kadar sitronelal juga diduga disebabkan oleh tidak adanya pengikat silang dalam mikrokapsul yang dapat mengikat kuat sitronelal. Hal ini menyebabkan sitronelal mudah terlepas lagi dari mikrokapsulnya pada proses pengadukan yang lebih panjang. Fenomena ini juga terjadi pada penelitian tentang mikroenkapsulasi minyak kelapa murni dengan kitosan [28].

#### 4.2.2 Penentuan ukuran mikrokapsul sitronelal dengan SEM

Ukuran partikel dan morfologi mikrokapsul sitronelal yang terbentuk dianalisis dengan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) [26]. Berikut merupakan hasil analisis SEM (**Gambar 4.4**):







**Gambar 4.4** Profil permukaan (morfologi) mikro kapsul sitronelal. 1:mikrokapsul kosong, 2:sampel A (pengadukan 40 menit), 3:sampel C (pengadukan 60 menit) dan 4:sampel E (pengadukan 80 menit)

Berdasarkan **Gambar 4.4** dapat dilihat bahwa profil permukaan dari mikro kapsul tanpa sitronelal dan mikro kapsul yang berisi sitronelal memiliki perbedaan. Profil permukaan pada mikro kapsul tanpa sitronelal menunjukkan bentuk partikel mikro kapsul berupa serpihan tipis. Sedangkan untuk profil permukaan mikro kapsul yang berisi sitronelal berupa serpihan yang lebih tebal. Pola yang sama juga didapatkan dalam penelitian tentang mikroenkapsulasi ketoprofen [29].

Profil permukaan mikro kapsul sitronelal A (pengadukan 40 menit) dan C (pengadukan 60 menit) menunjukkan perbedaan ukuran partikel. Pengadukan yang lebih lama akan menghasilkan mikro kapsul dengan ukuran partikel yang lebih kecil. Secara berturut-turut ukuran partikel mikro kapsul A dan C adalah 17,1 – 47,2  $\mu\text{m}$  dan 12,5 – 23,0  $\mu\text{m}$ . Hasil yang sama juga diperoleh dalam penelitian tentang mikroenkapsulasi ketoprofen [29]. Ukuran partikel yang kecil menunjukkan bahwa luas permukaan dari mikro kapsul semakin luas.

Pada mikro kapsul E (pengadukan 80 menit) terjadi kenaikan ukuran partikel yaitu antara 14,9 – 28,9  $\mu\text{m}$ . Hal ini sesuai dengan penelitian Purwaningsih yang menyatakan lama pengadukan menyebabkan proses penyalutan sulit terjadi karena polimer yang terbentuk semakin panjang dan mengalami agregasi sehingga tidak larut dalam air. Hal ini didukung oleh hasil penelitian dalam

pembuatan mikrokapsul minyak sawit dengan urea-formaldehid sebagai polimer penyalut [30].

Mikrokapsul sitronelal pada lama pengadukan 60 menit memiliki ukuran partikel terkecil dibandingkan dengan lama pengadukan yang lain. Hal ini menunjukkan bahwa semakin kecil ukuran partikel mikrokapsul sitronelal maka luas permukaannya semakin luas. Dengan demikian laju penguapan sitronelal menjadi semakin cepat [4]. Sehingga pada saat dilakukan analisis kadar sitronelal dengan FTIR, kadar sitronelal yang diperoleh lebih sedikit dibandingkan dengan mikrokapsul pada lama pengadukan 50 menit. Hal ini dikarenakan terdapat sitronelal yang telah menguap pada proses analisis FTIR karena ukuran partikel yang kecil. Selisih waktu pengadukan 10 menit memberikan pengaruh yang cukup besar terhadap laju penguapan dari sitronelal dimana ukuran partikel yang terbentuk semakin kecil sehingga laju penguapan sitronelal menjadi semakin cepat dibandingkan dengan mikrokapsul dengan ukuran partikel lebih besar.

### 4.3 Efisiensi Mikroenkapsulasi Sitronelal

Efisiensi mikroenkapsulasi sitronelal yang terbentuk dihitung untuk mengetahui besarnya tingkat keberhasilan proses penyalutan sitronelal dengan kitosan. Penentuan efisiensi mikroenkapsulasi sitronelal dilakukan dengan membandingkan masing-masing kadar sitronelal dalam mikrokapsul dengan sitronelal tanpa kapsul (302,1 ppm). Berikut merupakan tabel efisiensi sitronelal dalam mikrokapsul yang terbentuk:

**Tabel 4.3** Nilai efisiensi mikroenkapsulasi sitronelal

Sampel*	Konsentrasi sitronelal (ppm)	Efisiensi (%)
A	207,74	68,77
B	295,44	97,79
C	247,74	82
D	246,97	81,75
E	252,10	83,45
Sitronelal	302,1	-

\*)A: lama pengadukan 40 menit, B: 50 menit, C: 60 menit, D: 70 menit, E: 80 menit

Berdasarkan **Tabel 4.3** dapat diketahui bahwa lama pengadukan mempengaruhi kadar sitronelal yang dapat tersalut oleh kitosan. Pada sampel A dan B kadar sitronelal yang dapat tersalut oleh kitosan semakin meningkat. Fenomena tersebut juga diperoleh pada penelitian tentang mikroenkapsulasi *Zanthoxylum Limonella* Oil [31] bahwa semakin lama pengadukan pada proses pembuatan mikrokapsul maka jumlah kandungan minyak dalam mikrokapsul juga bertambah banyak. Sedangkan dalam penelitian tentang pembuatan mikrokapsul ketoprofen [29] menunjukkan semakin kecil ukuran partikel mikrokapsul maka semakin luas permukaan partikel mikrokapsul sehingga semakin banyak senyawa ketoprofen yang dapat tersalut oleh kitosan.

Mikroenkapsulasi sitronelal yang paling optimum ditunjukkan pada sampel B yaitu pada lama pengadukan 50 menit. Berdasarkan **Tabel 4.1**, lama pengadukan 50 menit menghasilkan berat mikrokapsul sitronelal sebesar 0,88 gram sehingga kadar sitronelal total yang tersalut sebesar 25998,72 ppm. Namun seiring dengan penambahan berat mikrokapsul tidak menunjukkan peningkatan kadar sitronelal dalam mikrokapsul. Lama pengadukan hanya memperpanjang polimer kitosan yang terbentuk, tetapi kerapatan polimer menyebabkan sitronelal sulit berikatan dengan kitosan.

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



## **BAB V PENUTUP**

### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan penelitian tentang mikroenkapsulasi sitronelal ini dapat disimpulkan bahwa:

1. Semakin lama waktu pengadukan maka kadar sitronelal di dalam mikrokapsul sitronelal semakin bertambah. Mikroenkapsulasi sitronelal yang baik ditunjukkan pada lama pengadukan 50 menit dengan jumlah kadar sitronelal sebesar 294,44 ppm dengan efisiensi 97,79%
2. Semakin lama waktu pengadukan maka ukuran partikel mikrokapsul sitronelal yang terbentuk semakin kecil. Ukuran partikel mikrokapsul sitronelal terbaik ditunjukkan pada lama pengadukan 60 menit.

### **5.2 Saran**

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk mengetahui laju penguapan sitronelal dalam mikrokapsul.





UNIVERSITAS BRAWIJAYA



## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Gunawan, D., dan Mulyani, S., 2010, **Ilmu Obat Alam (Farmakognosi)**, Jilid I, Penebar Swadaya, Jakarta
- [2] Iftitah, E.D., Muchalal, M., Sunaryati, W., and Armunanto, R., 2011, **One Pot Transformation Citronellal to Menthol Over Ni/ $\gamma$ -Alumina**. *J. Appl.Sci.Res.*, Vol:7(5), hal 680-689
- [3] Rosalita, 2008, **Emulsifikasi Untuk Mikroenkapsulasi Propranolol Hidroklorida Dengan Penyalut Alginat**, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Pertanian Bogor, Bogor
- [4] Hsieh, Wen-Chuan., Chih-Pong, Chang., and Ying-Lin Gao., 2006, **Controlled release properties of Chitosan encapsulated volatile Citronella Oil microcapsules by thermal treatments**, *Biointerfaces*, Vol:53, hal 209-214
- [5] Herdini., Latifah, K. D., dan Sugita, P., 2010, **Disolusi Mikroenkapsulasi Kurkumin Tersalut Gel Kitosan-Alginat-Glutaraldehida**, *Makara Sains*, Vol:14(1), hal 57-62
- [6] Handayani, D. S., Chairil, A., dan Respati., 2004, **Reaksi Siklisasi Sitronelal dengan Katalis Polieugenol Sulfonat Tanpa Media dan dengan Media Bensen**, *Alchemy*, Vol:3(1), hal 50-58

- [7] Kateren, S., 1985, **Pengantar Minyak Atsiri**, PN Balai Pustaka, Jakarta
- [8] Chandrasekaran, R., 1992, **Frontiers In Carbohydrate Research-2**, Elsevier Applied Science, London
- [9] Basuki, Bagus R., dan I Gusti, M.S., 2009, **Sintesis Ikatan Silang Kitosan dengan Glutaraldehid serta Identifikasi Gugus Fungsi dan Derajat Deasetilasinya**, *Jurnal Ilmu Dasar*, Vol:10(1), hal 93-101
- [10] Mekawati., Fachriyah, E., dan Sumardjo, D., 2000, **Aplikasi Kitosan Hasil Transformasi Kitin Limbah Udang (*Penaeus merguensis*) untuk Adsorpsi Ion Logam Timbal**, *Jurnal Sains and Matematika*, FMIPA Undip, Semarang, Vol:8(2), hal 51-54
- [11] Rifai, D. N. R., 2007, **Isolasi dan Identifikasi Kitin, Kitosan dari Cangkang Hewan Mimi (*Horseshoe Crab*) Menggunakan Spektrofotometri Infra Merah**, *Alchemy*, Vol:2(1), hal 104-157
- [12] Khan, T.A., Peh KK, Ch'ng HS, 2002, **Reporting Degree of Deacetylation Value of Chitosan: The Influence of Analytical Methods**, *J.Pharm Pharmaceut Sci*, Vol:5, hal:205-212
- [13] Berger, J., Reist, M., Mayer, J. M., Felt, O., Peppas, N. A., and Gurny, R., 2004, **Structure and Interactions in Covalently and Ionically Crosslinked Chitosan**

**Hydrogels for Biomedical Application**, *Eur J Pharm Biopharm*, Vol:57, hal 19-34

- [14] Benita, S., B. Magenheim, and P. Wehrl, 1996, **The Use of Factorial Design in the Development of Nanoparticulate Dosage Forms. Microencapsulations, Methods and Industrial Applications**, Marcel Ed. S. Benita, Marcel Dekker Inc, New York
- [15] Pujihastuti, I., tanpa tahun, **Teknologi Pengawetan Buah Tomat dengan Metode Freeze Drying**, Universitas Diponegoro, Semarang
- [16] Siregar, K., Armansyah, H. T., dan Bambang, H., 2006, **Pengeringan Beku dengan Metode Pembekuan Vakum dan Lempeng Sentuh dengan Pemanasan Terbalik pada Proses Sublimasi untuk Daging Buah Durian**, *Buletin Agricultural Engineering BEARING*, Vol:2(1), hal 23-36
- [17] George, James P., dan Datta, A. K., 2002, **Development and Validation of Heat and Mass Transfer Models for Freeze-Drying of Vegetable Slices**, *Journal of Food Engineering*, Vol:52, hal 90
- [18] George, W. O., 2004, **Freeze Drying Second Completely Revised and Extended Edition**, Wiley-VCH Gmbh&Co, KgaA
- [19] Mujumdar, Arun S., 2006, **Principles, Classification, and Selections of Drier**, Taylor and Francis Group, London

- [20] Silverstain, R. M., dan Bassler, G. C., 2005, **Spectrometric Identification of Organic Compounds 7Th Edition**, John Wiley and Sons, Inc, New York
- [21] Sastrohamidjojo, H., 1992, **Spektroskopi Inframerah**, Liberty Yogyakarta, Yogyakarta
- [22] Sugita, Purwantiningsih, Srijanto B., Arifin B., Setyowati E. V., 2009, **Stability of Ketoprofen Coated by Chitosan-Guar Gum Gel**, *Indo.J.Chem*, Vol:9(3), 391-397
- [23] Mutaqin, A., Endah, S., dan Lia, D., 2013, **Identifikasi Hasil Reaksi Adisi Nukleofilik Sianida pada Gugus Karbonil Sitronelal Menggunakan Pereaksi Kalium Sianida**, *JKK*, Vol:2(1), hal 38-41
- [24] Robinson, J. W., Eileen, M. S., and George, M., 2005, **Undergraduate Instrumental Analysis**, Sixth Edition, Taylor&Francies e-Library, New York
- [25] Settle, F. A., 1997, **Handbook of Instrumental Techniques for Analytical Chemistry**, Prentice-Hall, Inc, USA
- [26] Hidayati, N., dan Nova Y., 2011, **Sintesis dan Karakterisasi Humin-TiO<sub>2</sub> Menggunakan FT-IR dan SEM (Scanning Electron Microscopy)**, *J. Kimia Mulawarman*, Vol:8(2), hal 80-82
- [27] Anggraeni, Nuha Desi., 2008, **Analisa SEM (Scanning Electron Microscopy) dalam Pemantauan Proses Oksidasi Megnetite Menjadi Hematite**, *Rekayasa dan*



*Aplikasi Teknik Mesin di Industri*, Bandung, 28-29  
Oktober 2008

- [28] Usmayanti, Nur Amalia, 2007, **Mikroenkapsulasi Minyak Kelapa Murni Menggunakan Penyalut Kitosan**, *Skripsi*, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Pertanian Bogor, Bogor
- [29] Sugita, P., Napthaleni, M. K., dan Tuti, W., 2010, **Enkapsulasi Ketoprofen dengan Kitosan-Alginat Berdasarkan Jenis dan Ragam Konsentrasi Tween 80 dan Span 80**, *Makara Science*. Vol 14(2), hal 107-112
- [30] Purwaningsih, W., Rochmadi., Agus, P., dan Wahyu, H., 2010, **Pembuatan Mikro kapsul dari Urea-Formaldehid: Pengaruh Waktu dan Perbandingan Reaktan pada Pembuatan Resin Terhadap Proses Mikroenkapsulasi**, Yogyakarta
- [31] Iman, M., Hussain, M. R., and Maji, T. K., 2013, **Zanthoxylum Limonella Oil (ZLO) Encapsulated Gelatin Microcapsules fir Controlled Release of Mosquito Reppelent: Effect of Various Parameters on Microcapsule Properties and Mosquito Reppelent Behavior**, *International Journal of Advanced Engineering Applications*, Vol:2(5), hal 151-159

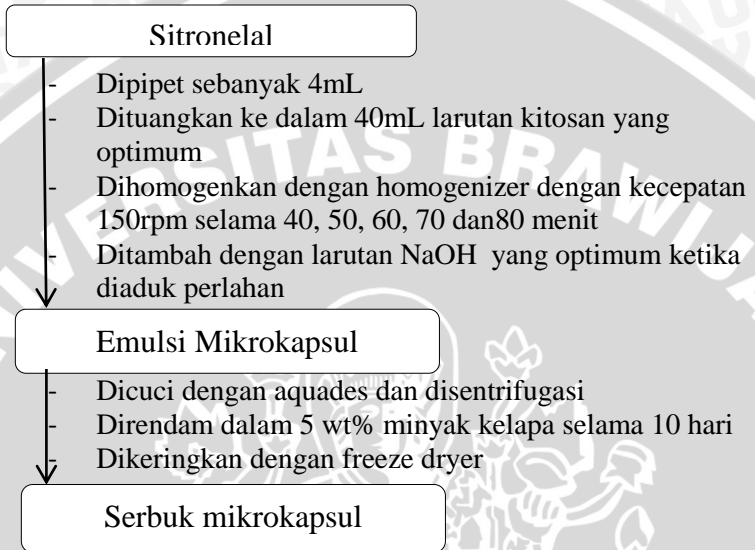
UNIVERSITAS BRAWIJAYA



## LAMPIRAN

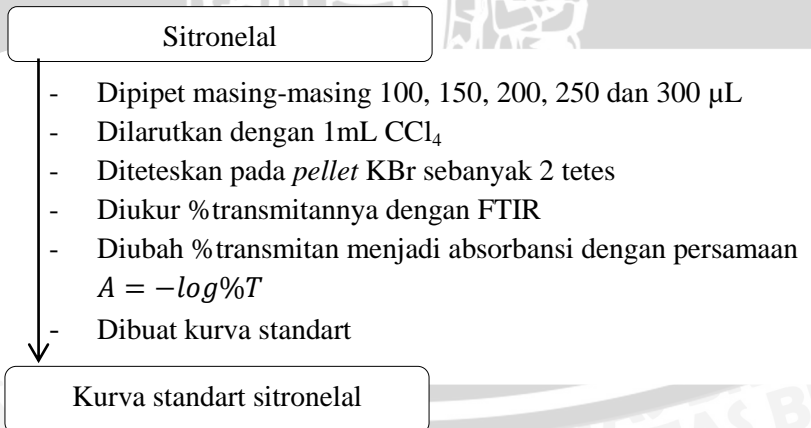
### A. Diagram Alir

#### A.1 Pembuatan Mikrokapsul Sitronelal

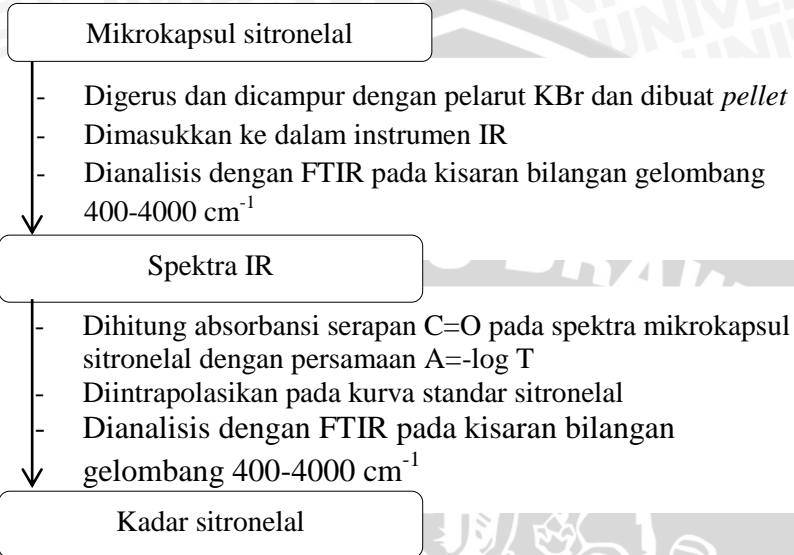


#### A.2 Analisis kadar sitronelal dalam mikrokapsul sitronelal dengan FTIR

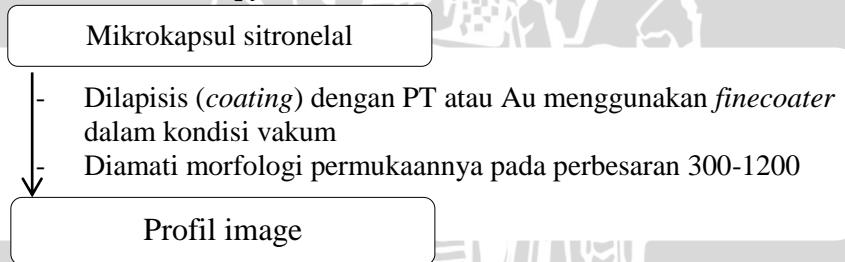
##### A.2.1 Membuat kurva standar sitronelal



### A.2.2 Menganalisis sampel mikrokapsul dengan FTIR



### A.3 Analisis ukuran pori mikrokapsul dengan SEM (*Scanning Electron Microscopy*)



## B. Perhitungan Konsentrasi Sitronelal untuk Kurva Baku

B.1 Sitronelal 100ppm

$$100\text{ppm} = \frac{\text{volume sitronelal}}{\text{volume CCl}_4}$$

$$100\text{ppm} = \frac{x(\mu\text{L})}{1\text{mL}}$$
$$x = 100\mu\text{L}$$

B.2 Sitronelal 150ppm

$$150\text{ppm} = \frac{\text{volume sitronelal}}{\text{volume CCl}_4}$$

$$150\text{ppm} = \frac{x(\mu\text{L})}{1\text{mL}}$$
$$x = 150\mu\text{L}$$

B.3 Sitronelal 200ppm

$$200\text{ppm} = \frac{\text{volume sitronelal}}{\text{volume CCl}_4}$$

$$200\text{ppm} = \frac{x(\mu\text{L})}{1\text{mL}}$$
$$x = 200\mu\text{L}$$

B.4 Sitronelal 250ppm

$$250\text{ppm} = \frac{\text{volume sitronelal}}{\text{volume CCl}_4}$$

$$250\text{ppm} = \frac{x(\mu\text{L})}{1\text{mL}}$$
$$x = 250\mu\text{L}$$

B.5 Sitronelal 300ppm

$$300\text{ppm} = \frac{\text{volume sitronelal}}{\text{volume CCl}_4}$$

$$300\text{ppm} = \frac{x(\mu\text{L})}{1\text{mL}}$$
$$x = 300\mu\text{L}$$



### C. Perhitungan Konsentrasi Sitronelal Dalam Mikrokapsul

$$y = 0,0039x - 0,1782$$

#### C.1 Konsentrasi sitronelal dalam sampel a (lama pengadukan 40 menit)

- Dalam 0,01 gram sampel  
 $y = 0,0039x - 0,1782$   
 $0,632 = 0,0039x - 0,1782$   
 $0,8102 = 0,0039x$   
 $x = 207,74 \text{ ppm}$

#### C.2 Konsentrasi sitronelal dalam sampel b (lama pengadukan 50 menit)

- Dalam 0,01 gram sampel  
 $y = 0,0039x - 0,1782$   
 $0,974 = 0,0039x - 0,1782$   
 $1,1522 = 0,0039x$   
 $x = 295,44 \text{ ppm}$

- Dalam keseluruhan jumlah sampel (0,88 gram)  
$$\frac{0,01 \text{ gram}}{0,88 \text{ gram}} = \frac{295,44 \text{ ppm}}{x}$$
  
 $x = 25998,72 \text{ ppm}$

#### C.3 Konsentrasi sitronelal dalam sampel c (lama pengadukan 60 menit)

- Dalam 0,01 gram sampel  
 $y = 0,0039x - 0,1782$   
 $0,788 = 0,0039x - 0,1782$   
 $0,9662 = 0,0039x$   
 $x = 247,74 \text{ ppm}$

#### C.4 Konsentrasi sitronelal dalam sampel d (lama pengadukan 70 menit)

- Dalam 0,01 gram sampel  
 $y = 0,0039x - 0,1782$   
 $0,785 = 0,0039x - 0,1782$

$$0,9632 = 0,0039x$$

$$x = 246,97 \text{ ppm}$$

### C.5 Konsentrasi sitronelal dalam sampel e (lama pengadukan 80 menit)

- Dalam 0,01 gram sampel

$$y = 0,0039x - 0,1782$$

$$0,805 = 0,0039x - 0,1782$$

$$0,9832 = 0,0039x$$

$$x = 252,10 \text{ ppm}$$



## D. Data Hasil FTIR

### D.1 Tabel hasil FTIR kurva baku sitronelal

No	Konsentrasi sitronelal (ppm)	Bilangan gelombang serapan C=O (cm-1)	%T	A
1	100	1728,10	53,917	0,268
2	150	1728,10	42,02	0,377
3	200	1728,10	26,91	0,57
4	250	1728,10	16,418	0,785
5	300	1728,10	8,923	1,049

### D.2 Tabel hasil FTIR sampel mikro kapsul sitronelal

No	Lama pengadukan (menit)	Bilangan gelombang serapan C=O (cm-1)	%T	A
1	40	1745,46	23,332	0,632
2	50	1747,39	10,5988	0,974
3	60	1745,46	16,31	0,788
4	70	1745,46	16,424	0,785
5	80	1745,46	15,671	0,805

### D.3 Tabel berat mikro kapsul sitronelal

Nama sampel	Berat (gram)
Mikro kapsul kosong	0,31
Sampel a (pengadukan 40 menit)	0,86
Sampel b (pengadukan 50 menit)	0,88
Sampel c (pengadukan 60 menit)	1,13
Sampel d (pengadukan 70 menit)	1,72
Sampel e (pengadukan 80 menit)	1,5

D.4 Tabel ukuran partikel mikro kapsul sitronelal

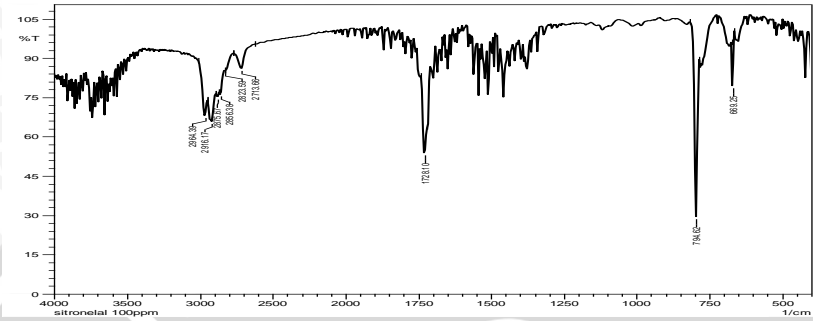
No	Lama pengadukan (menit)	Diameter ( $\mu\text{m}$ )
1	40	17,1-47,2
2	60	12,5-23,0
3	80	14,9-28,9

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

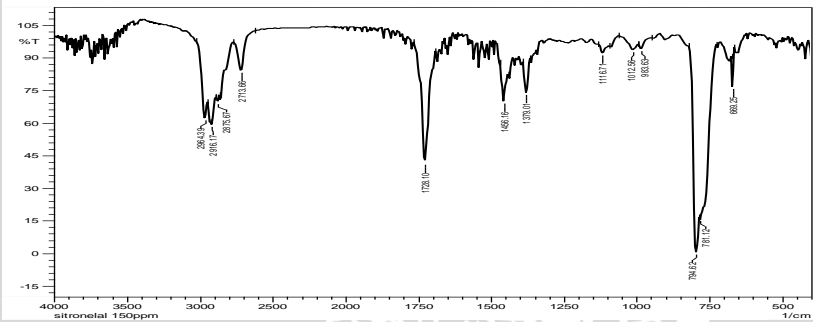


## E. Gambar Spektra IR Sitronelal

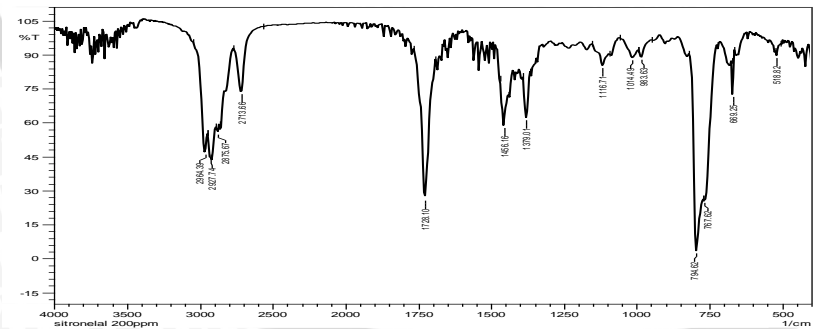
### E.1 Sitronelal 100ppm



### E.2 Sitronelal 150ppm

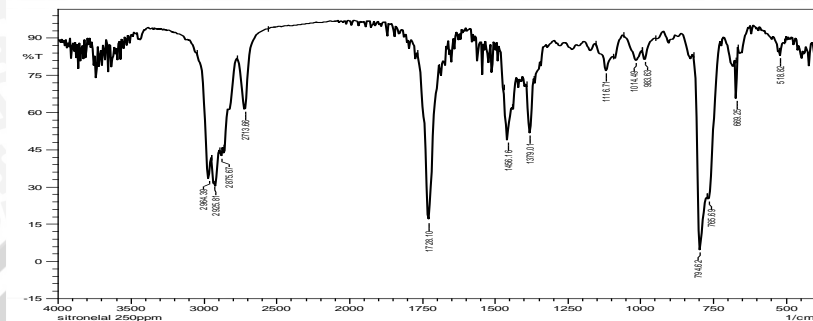


### E.3 Sitronelal 200ppm

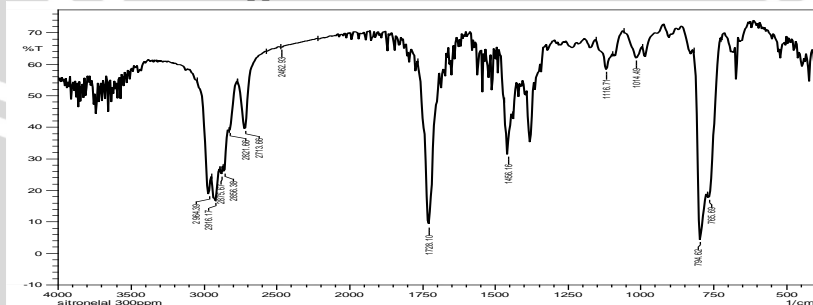




#### E.4 Sitronelal 250ppm

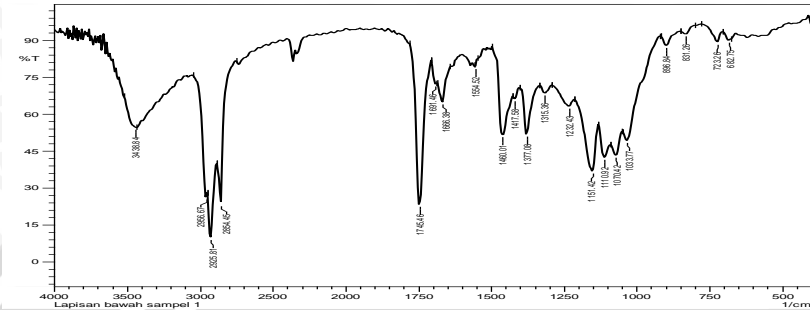


#### E.5 Sitronelal 300ppm

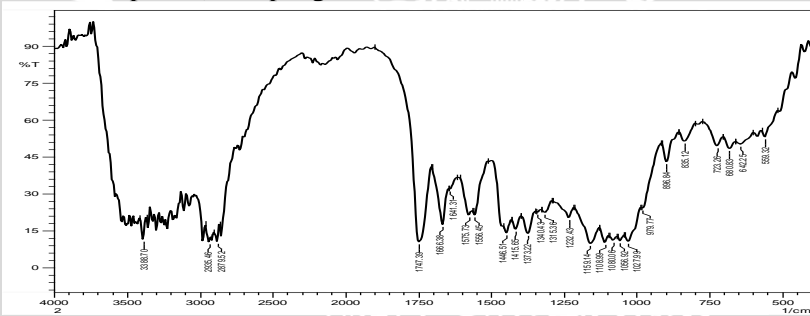


## F. Gambar Spektra IR Mikro kapsul Sitronelal

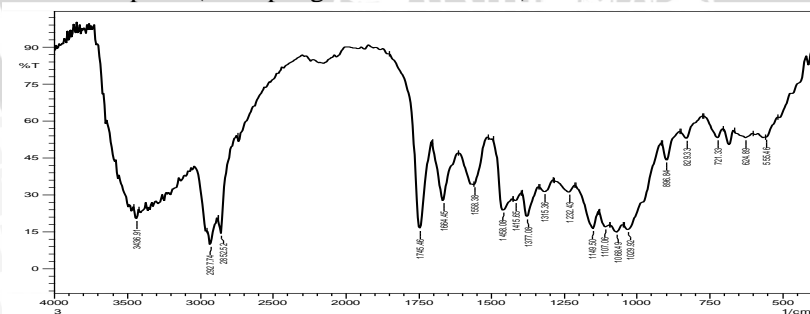
### F.1 Sampel a (lama pengadukan 40 menit)



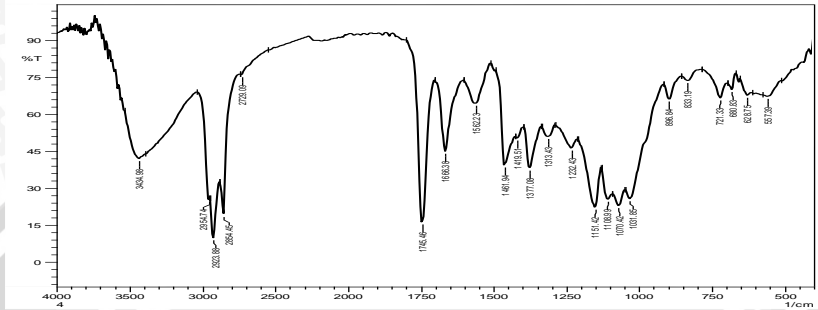
### F.2 Sampel b (lama pengadukan 50 menit)



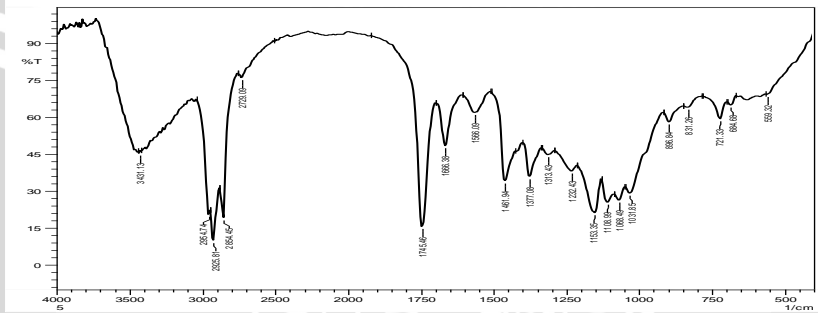
### F.3 Sampel c (lama pengadukan 60 menit)



F.4 Sampel d (lama pengadukan 70 menit)



F.5 Sampel e (lama pengadukan 80 menit)



## G. Dokumentasi Kegiatan

### G.1 Proses Shakker



### G.2 Proses Freeze Dryer



### G.3 Proses Pengcoatingan Mikrokapsul



### G.4 Gambar Mikrokapsul Sitronelal

