

**DETEKSI SENYAWA BIOAKTIF MIKROENKAPSULASI EKSTRAK KASAR  
TEH RUMPUT LAUT COKLAT (*Sargassum cristaefolium*) TERSALUT  
KITOSAN:GUM ARAB**

**SKRIPSI**

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

**Oleh :**

**Evi Nurmawati  
NIM. 125080300111005**



**FAKULTAS PERIKANAN DAN ILMU KELAUTAN**

**UNIVERSITAS BRAWIJAYA**

**MALANG**

**2016**

**DETEKSI SENYAWA BIOAKTIF MIKROENKAPSULASI EKSTRAK KASAR  
TEH RUMPUT LAUT COKLAT (*Sargassum cristaefolium*) TERSALUT  
KITOSAN GUM:ARAB**

**SKRIPSI**

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

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

Oleh :

**Evi Nurmawati**

**NIM. 125080300111005**



**FAKULTAS PERIKANAN DAN ILMU KELAUTAN**

**UNIVERSITAS BRAWIJAYA**

**MALANG**

**2016**



SKRIPSI

**DETEKSI SENYAWA BIOAKTIF MIKROENKAPSULASI EKSTRAK KASAR  
TEH RUMPUT LAUT COKLAT (*Sargassum cristaeifolium*) TERSALUT  
KITOSAN:GUM ARAB**

Oleh :

**Evi Nurmawati**  
NIM. 125080300111005

Menyetujui,  
Dosen Penguji II

**(Dr.Ir. Yahya,MP)**  
NIP . 19630706 1996003 1 003  
TANGGAL :

15 AUG 2016

Menyetujui,  
Dosen Pembimbing I

**(Dr.Ir.Hartati Kartikaningsih,MS)**  
NIP. 19640726 198903 2 004  
TANGGAL :

15 AUG 2016

Menyetujui,  
Dosen Pembimbing II

**(Dr. Ir. Kartini Zaelanie,MP)**  
NIP.19550503 198503 2 001  
TANGGAL :

15 AUG 2016



Mengetahui,  
Ketua Jurusan MSP

**(Dr. Ir. Arning Wilufeng Ekawati, MS)**  
NIP.19620805 198603 2 001  
TANGGAL :

15 AUG 2016

**PERNYATAAN ORISINALITAS**

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

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



Malang, 21 Juli 2016

Mahasiswa

Evi Nurmawati  
125080300111005



## RINGKASAN

**Evi Nurmawati.** Deteksi Senyawa Bioaktif Mikroenkapsulasi Ekstrak Kasar Teh Rumput Laut Coklat (*Sargassum Cristaefolium*) Tersalut Kitosan:Gum Arab. di bawah bimbingan **Dr. Ir. Hartati Kartikaningsih** dan **Dr.Ir. Kartini Zaelanie, MP.**

---

*Sargassum cristaefolium* merupakan salah satu jenis alga coklat yang banyak ditemukan di perairan Indonesia. Kelompok ini merupakan komoditi laut yang tumbuh dan berkembang di sepanjang pantai pulau- pulau di Indonesia. Seperti halnya masyarakat Cabiya yang memanfaatkan *Sargassum cristaefolium* sebagai minuman teh (Yulianto, 2010). Potensi *Sargassum* sebagai antioksidan alami tumbuh umumnya adalah senyawa fenolik yang dapat berupa golongan flavonoid, turunan asam sinamat, kumarin, dan asam-asam organik polifungsional (Sibuea, 2003). Untuk melindungi senyawa bioaktif yang ada dalam rumput laut ini dapat dilakukan dengan cara mikroenkapsulasi. Mekanisme pelepasan enkapsulat sangat dipengaruhi oleh bahan penyalut yang digunakan. Setiap penyalut memiliki kelarutan pada pH yang berbeda termasuk Kitosan dan Gum Arab. Kitosan memiliki gugus amino dan gugus hidroksil yang memungkinkan untuk dimodifikasi. Beberapa modifikasi kitosan yaitu dengan menggunakan gum arab (Daniel, 2009). Penelitian ini diharapkan dapat mengidentifikasi jenis senyawa bioaktif yang dilepaskan oleh penyalut Kitosan:Gum Arab pada mikroenkapsulat ekstrak kasar teh *Sargassum cristaefolium* dengan perlakuan pH yang berbeda yaitu pH 3, 6, dan 8 dengan menggunakan uji SEM, UV-Vis, FTIR, LC-MS, KLT.

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengidentifikasi jenis senyawa bioaktif yang didapat pada saat pelepasan kapsul oleh penyalut kitosan dan gum arab pada mikrokapsul ekstrak kasar teh alga coklat *Sargassum cristaefolium* dengan menggunakan perlakuan pH yang berbeda. Penelitian ini dilakukan pada bulan Maret-Juni 2016 di Laboratorium Keamanan Hasil Perikanan, Labrlatorium Budidaya Air Tawar Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelaut, Laboratorium Kimia Universitas Brawijaya, Laboratorim Kimia Industri Politeknik Negeri Malang, Laboratorium Kimia Fakultas Saintek Universitas Islam Negeri Malik Ibrahim Malang, Laboratorium Farmasi Universitas Airlangga, Laboratorium Sentral Ilmu Hayati (LSIH) Universitas Brawijaya dan Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia Jakarta.

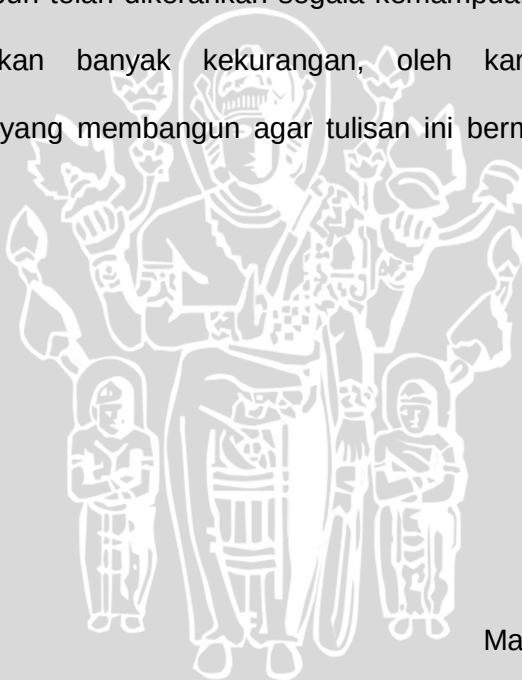
Metode yang digunakan dalam penelitian ini merupakan metode deskriptif-eksploratif. (tanpa hipotesis) untuk mendapatkan kesimpulan mengenai kandungan senyawa bioaktif ynag ada pada ekstrak kasar teh *sargassum cristaefolium* dengan uji SEM, uji UV-Vis, Uji FTIR, uji LC-MS dan uji KLT dengan diperkuat pustaka sebagai penunjang.

Hasil identifikasi senyawa KLT, spektrofotometri UV-Vis, FTIR dan LC-MS terhadap sampel mikrikapsul ekstrak kasar teh *Sargassum cristaefolium* tersalut kitosan dan gum arab diperoleh hasil pada pada uji SEM pada sampel pH 3 permukaan kasar dan pecah, Uji UV-Vis nilai absorpsi tertinggi pada sampel pH 3, untuk uji spektra FTIR didapatkan gugus yang terdeteksi antara lain O-H, C-H, C=O, dan C=C. Pada uji LC-MS diduga mengandung senyawa flavonoid senyawa turunan dari *quercetin* yaitu 3,7-Dihidroksi-3',4'-dimektosiflavon ( $C_{17}H_{14}O_6$ ) dengan *exactmass* 314,07904. Dan pada uji KLT didapatkan nilai yang sama pada nilai Rf sampel ekstrak kasar sargasssum *cristaefolium* dengan Rf quersetin, hal tersebut berarti menunjukkan sampel positif mengandung senyawa flavonoid.

## KATA PENGANTAR

Dengan memanjatkan puji syukur kehadiran Allah SWT, atas limpahan rahmat dan hidayah-Mu penulis dapat menyajikan laporan skripsi yang berjudul “Deteksi Senyawa Bioaktif Mikroenkapsulasi Ekstrak Kasar Teh Rumput Laut Coklat (*Sargassum Cristaefolium*) Tersalut Kitosan:Gum Arab” Di dalam tulisan ini, disajikan pokok-pokok bahasan yang meliputi latar belakang penulisan, tinjauan pustaka, metode penelitian, dan lampiran.

Sangat disadari bahwa dengan kekurangan dan keterbatasan yang dimiliki penulis, walaupun telah dikerahkan segala kemampuan untuk lebih teliti, tetapi masih dirasakan banyak kekurangan, oleh karena itu penulis mengharapkan saran yang membangun agar tulisan ini bermanfaat bagi yang membutuhkan.



Malang, 21 Juli 2016

Penulis



## UCAPAN TERIMA KASIH

Puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT. karena berkat rahmat dan hidayah-Nya pelaksanaan dan pelaporan Skripsi ini dapat diselesaikan. Penulis menyadari bahwa penulisan ini tidak terlepas dari dukungan moril dan materil dari semua pihak. Melalui kesempatan ini, dengan kerendahan hati perkenankan penulis mengucapkan terima kasih kepada:

- Allah SWT atas segala anugerah dan hidayahNya sehingga penulisan Laporan Skripsi ini dapat selesai tepat pada waktunya.
- Dr. Ir. Hartati Kartikaningsih,MS dan Dr.Ir. Kartini Zaelanie,MP selaku dosen pembimbing yang telah banyak memberikan saran, bimbingan, arahan dan nasehat bagi penulis
- Dr.Ir. Bambang Budi Sasminto,MS dan Dr.Ir. Yahya,MP Selaku dosen penguji yang telah banyak meluangkan waktu memberikan kritik dan saran bagi penulis
- Bapak Mardiono dan Ibu Murji'ah selaku orang tua yang telah memberikan doa, dukungan, dan nasehat bagi penulis
- Teman rasa dosen pembimbing (Fina dan Sandi) terimakasih atas kerjasama dan *support* yang luar biasa
- Teman-teman Kontrakan Haritsah yang selalu memberikan support
- Teman, keluarga dan sahabat-sahabat di Teknologi Hasil Perikanan 2012 yang telah mengukir sejarah bersama dalam kehidupan penulis selama menimba ilmu di kampus Universitas Brawijaya.

Malang, 21 Juli 2016

Penulis

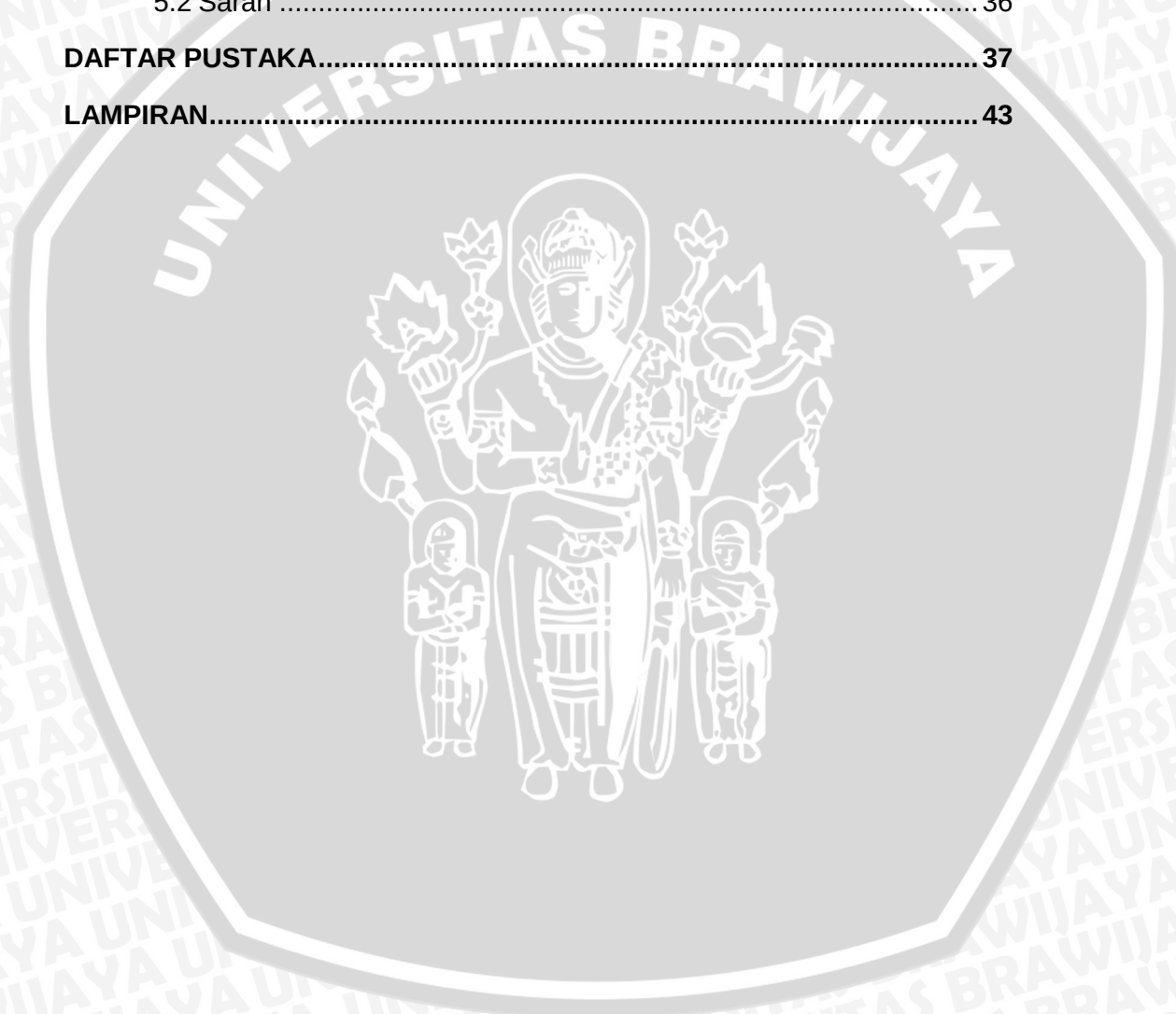
## DAFTAR ISI

### Halaman

|                                                                     |            |
|---------------------------------------------------------------------|------------|
| <b>HALAMAN JUDUL.....</b>                                           | <b>i</b>   |
| <b>HALAMAN PENGESAHAN.....</b>                                      | <b>ii</b>  |
| <b>PERNYATAAN ORISINALITAS KARYA .....</b>                          | <b>iii</b> |
| <b>RINGKASAN.....</b>                                               | <b>iv</b>  |
| <b>KATA PENGANTAR .....</b>                                         | <b>v</b>   |
| <b>UCAPAN TERIMA KASIH.....</b>                                     | <b>vi</b>  |
| <b>DAFTAR ISI .....</b>                                             | <b>vii</b> |
| <b>DAFTAR GAMBAR.....</b>                                           | <b>x</b>   |
| <b>DAFTAR TABEL .....</b>                                           | <b>xi</b>  |
| <b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>                                        | <b>xii</b> |
| <br>                                                                |            |
| <b>1. PENDAHULUAN .....</b>                                         | <b>1</b>   |
| 1.1 Latar Belakang .....                                            | 1          |
| 1.2 Rumusan Masalah .....                                           | 3          |
| 1.3 Tujuan .....                                                    | 3          |
| 1.4 Kegunaan .....                                                  | 3          |
| 1.5 Waktu dan Tempat .....                                          | 3          |
| <b>2. TINJAUAN PUSTAKA.....</b>                                     | <b>5</b>   |
| 2.1 Sargassum Cristaefolium .....                                   | 5          |
| 2.2 Senyawa Bioaktif Sargassum cristaefolium .....                  | 6          |
| 2.3 Teh Sargassum cristaefolium .....                               | 8          |
| 2.4 Enkapsulasi.....                                                | 10         |
| 2.5 Penyalut Kitosan .....                                          | 12         |
| 2.6 Penyalut Gum Arab .....                                         | 13         |
| 2.7 Pelepasan Enkapsulan Oleh pH.....                               | 14         |
| 2.8 SEM ( <i>Scanning Electron Microscope</i> ) .....               | 15         |
| 2.9 Spektrofotometri UV-Vis .....                                   | 16         |
| 2.10FTIR ( <i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i> ) .....   | 17         |
| 2.11LC-MS ( <i>Liquid Chromatography- Massa Spectrometry</i> )..... | 18         |
| 2.12KLT (Kromatografi Lapis Tipis) .....                            | 19         |
| <b>3. METODE PENELITIAN.....</b>                                    | <b>20</b>  |
| 3.1 Materi Penelitian.....                                          | 20         |
| 3.1.1 Bahan Penelitian.....                                         | 20         |
| 3.1.2 Alat Penelitian .....                                         | 20         |
| 3.2 Metode Penelitian.....                                          | 21         |
| 3.3 Prosedur Penelitian .....                                       | 22         |
| 3.3.1 Pengeringan Sampel .....                                      | 22         |
| 3.3.2 Uji Total Padatan .....                                       | 22         |



|           |                                                                  |           |
|-----------|------------------------------------------------------------------|-----------|
| 3.3.3     | Pembuatan Ekstrak Kasar Teh <i>Sargassum</i> sp.....             | 23        |
| 3.3.4     | Mikroenkapsulasi .....                                           | 24        |
| 3.3.5     | Perlakuan pH.....                                                | 24        |
| 3.3.6     | Uji Kromatografi Lapis Tipis (Kualitatif) .....                  | 25        |
| <b>4.</b> | <b>HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>                                | <b>27</b> |
| 4.1       | Hasil Scanning Electron Microscopy (SEM).....                    | 27        |
| 4.2       | Pendugaan Senyawa Bioaktif.....                                  | 30        |
| 4.2.1     | Hasil Spektrofotometri UV-Vis.....                               | 30        |
| 4.2.2     | Hasil <i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i> (FTIR)..... | 31        |
| 4.2.3     | Hasil <i>Liquid Chromatography Massa Spectrometry</i> .....      | 32        |
| 4.2.4     | Hasil Kromatografi Lapis Tipis (Kualitatif).....                 | 34        |
| <b>5.</b> | <b>KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>                                | <b>36</b> |
| 5.1       | Kesimpulan .....                                                 | 36        |
| 5.2       | Saran .....                                                      | 36        |
|           | <b>DAFTAR PUSTAKA.....</b>                                       | <b>37</b> |
|           | <b>LAMPIRAN.....</b>                                             | <b>43</b> |



## DAFTAR GAMBAR

### Gambar

### Halaman

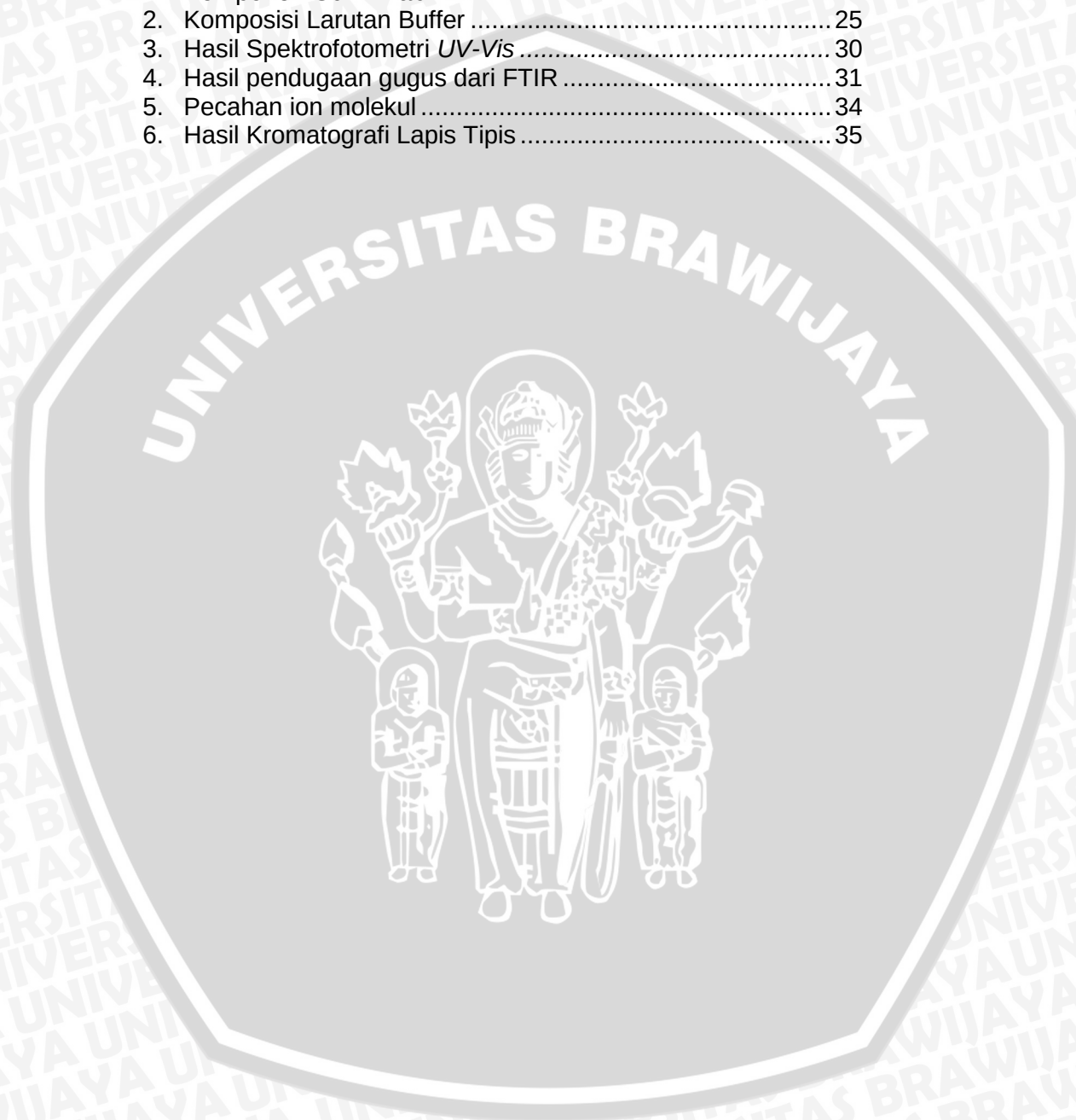
|                                                                          |    |
|--------------------------------------------------------------------------|----|
| 1. <i>Sargassum cristaefolium</i> .....                                  | 6  |
| 2. Kerangka C <sub>6</sub> C <sub>3</sub> C <sub>6</sub> Flavonoid ..... | 8  |
| 3. Proses pembentukan serbuk enkapsulasi .....                           | 11 |
| 4. Struktur Molekul Kitosan .....                                        | 12 |
| 5. Struktur Primer Gum Arab .....                                        | 13 |
| 6. Struktur Mikrokapsul Ekstrak The .....                                | 27 |
| 7. Foto SEM menit ke 30 .....                                            | 28 |
| 8. Proses pelepasan penyalut .....                                       | 29 |
| 9. Hasil Uji FTIR mikrokapsul ekstrak kasar .....                        | 31 |
| 10. (a) Spektrum LC .....                                                | 33 |
| (b) Spektrum MS .....                                                    | 33 |
| 11. Senyawa 3,7-Dihidroksi-3',4'-dimetoksiflavon .....                   | 34 |
| 12. Pengujian Kromatografi Lapis Tipis .....                             | 35 |





## DAFTAR TABEL

| Tabel                                         | Halaman |
|-----------------------------------------------|---------|
| 1. Komponen Gum Arab.....                     | 14      |
| 2. Komposisi Larutan Buffer .....             | 25      |
| 3. Hasil Spektrofotometri <i>UV-Vis</i> ..... | 30      |
| 4. Hasil pendugaan gugus dari FTIR .....      | 31      |
| 5. Pecahan ion molekul .....                  | 34      |
| 6. Hasil Kromatografi Lapis Tipis .....       | 35      |



## DAFTAR LAMPIRAN

| Lampiran                                                      | Halaman |
|---------------------------------------------------------------|---------|
| 1. Foto Persiapan Pembuatan Ekstrak Kasar .....               | 43      |
| 2. Foto Pembuatan Ekstrak Kasar <i>S.cristaeefolium</i> ..... | 44      |
| 3. Foto Prosedur Enkapsulasi Ekstrak Kasar .....              | 45      |
| 4. Foto Perlakuan pH.....                                     | 46      |
| 5. Foto Uji Kromatografi Lapis Tipis .....                    | 47      |
| 6. Prosedur Penelitian Secara Umum.....                       | 48      |
| 7. Prosedur Uji Total Padatan Terlarut.....                   | 49      |
| 8. Prosedur Pengeringan Sampel.....                           | 50      |
| 9. Prosedur Ekstraksi.....                                    | 51      |
| 10. Prosedur Mikroenkapsulasi.....                            | 52      |
| 11. Prosedur Perlakuan pH .....                               | 52      |
| 12. Prosedur Uji Kromatografi Lapis Tipis.....                | 55      |
| 13. Perhitungan Total Padatan .....                           | 56      |
| 14. Perhitungan Stok untuk Larutan Buffer .....               | 57      |
| 15. Perhitungan Nilai RF.....                                 | 58      |
| 16. Pengujian Panjang Gelombang Maksimum Kuersetin .....      | 59      |
| 17. Hasil Spektrofotometri UV-Vis .....                       | 60      |
| 18. Kurva Standart.....                                       | 61      |
| 19. Hasil FTIR .....                                          | 62      |
| 20. Hasil LC-MS .....                                         | 63      |
| 21. Karakteristik Kitosan.....                                | 65      |
| 22. Karakteristik Gum Arab.....                               | 66      |

## BAB 1

### PENDAHULUAN

#### 1.1 Latar Belakang

*Sargassum cristaefolium* merupakan salah satu jenis alga coklat yang banyak ditemukan di perairan Indonesia. Kelompok ini merupakan komoditi laut yang tumbuh dan berkembang di sepanjang pantai pulau-pulau di Indonesia. *Sargassum cristaefolium* mempunyai kenampakan yang tidak menarik, mudah busuk, serta bau amis sehingga sampai saat ini belum banyak yang memanfaatkan. Kurangnya pemanfaatan *Sargassum cristaefolium* dikarenakan alga ini memiliki bau yang sangat amis dan bau yang tidak sedap jika diaplikasikan sebagai bahan dasar produk seperti teh (Supirman, 2013).

Seperti halnya masyarakat Cabiya yang memanfaatkan *Sargassum cristaefolium* sebagai minuman teh (Yulianto, 2010). Minuman dari *Sargassum* sp. salah satunya yaitu teh rumput laut coklat (*Sargassum* sp), merupakan produk herbal efisien dan bernilai ekonomis. Karena rumput laut coklat *Sargassum* sp. dengan kandungan bahan alginat, iodine dan gluronat yang dapat membuang zat – zat sisa dalam tubuh, seperti lemak dan sel – sel mati akibat radikal bebas (Firdhayani, 2010).

Pemanfaatan rumput laut jenis *Sargassum* sp. dan *phorphyra* sebagai sumber iodium pada campuran minuman yaitu pada teh yang berkhasiat medis (Susanto, 2003). Khasiat yang dimiliki oleh minuman teh berasal dari kandungan zat bioaktif yang terdapat pada daun teh. Teh memiliki khasiat kesehatan karena mengandung zat bioaktif yang disebut polifenol. *Sargassum* sp. merupakan salah satu jenis rumput laut yang banyak mengandung senyawa bioaktif (La Vecchia et al., 1992).



Potensi *Sargassum* sebagai antioksidan alami tumbuh umumnya adalah senyawa fenolik yang dapat berupa golongan flavonoid, turunan asam sinamat, kumarin, dan asam-asam organik polifungsional (Sibuea, 2003). Untuk melindungi senyawa bioaktif yang ada dalam rumput laut ini dapat dilakukan dengan cara mikroenkapsulasi.

Metode enkapsulasi dikembangkan untuk melindungi komponen bioaktif (polifenol, mikronutrient, enzim, dan antioksidan) untuk melindungi dari lingkungan yang merugikan dan juga mengontrol rilis pada target yang ditujuh (Ezhilarasi, 2012). Menurut Sukmawati (2010), tujuan mikroenkapsulasi adalah stabilitas bahan inti, mengontrol pelepasan bahan inti baik kecepatan maupun kondisi pelepasannya. Mekanisme pelepasan enkapsulat sangat dipengaruhi oleh bahan penyalut yang digunakan. Menurut Masters (1979), bahan penyalut adalah bahan-bahan yang berfungsi sebagai penyalut bahan inti (bahan aktif) dalam proses mikroenkapsulasi. Setiap penyalut memiliki kelarutan pada pH yang berbeda termasuk Kitosan dan Gum Arab.

Kitosan memiliki gugus amino dan gugus hidroksil yang memungkinkan untuk dimodifikasi. Beberapa modifikasi kitosan yaitu dengan menggunakan gum arab (Daniel, 2009). Gum arab bertindak sebagai koloid pelindung dan emulsifier yang sangat baik. Menurut Rini *et al.* (2012), gum arab bertujuan untuk memperbaiki kelemahan pada penggunaan salah satu jenis bahan penyalut tersebut.

Penelitian ini diharapkan dapat mendeteksi jenis senyawa bioaktif yang dilepaskan oleh penyalut Kitosan:Gum Arab pada mikroenkapsulat ekstrak kasar teh *Sargassum cristaefolium* dengan perlakuan pH yang berbeda yaitu pH 3, 6, dan 8 dengan menggunakan uji SEM (scenning electron microscope) untuk mengetahui morfologi partikel, UV-Vis untuk mengukur profil pelepasan senyawa

biaktif, uji FTIR untuk mengetahui gugus hidroksil pada pH terbaik, dan uji LCMS untuk mengetahui kromatogram massa suatu senyawa.

### 1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dari penelitian ini adalah senyawa bioaktif apa yang dilepaskan oleh penyalut kitosan dan gum Arab pada mikrokapsul ekstrak teh alga coklat *S.cristaefolium* dengan perlakuan pH yang berbeda?

### 1.3 Tujuan

Penelitian ini bertujuan untuk mendeteksi jenis senyawa bioaktif yang didapat pada saat pelepasan kapsul oleh penyalut kitosan dan gum arab pada mikrokapsul ekstrak kasar teh alga coklat *Sargassum cristaefolium* dengan menggunakan perlakuan pH yang berbeda.

### 1.4 Kegunaan

Kegunaan penelitian ini adalah untuk memberi informasi kepada masyarakat, lembaga dan institusi lain mengenai proses pembuatan enkapsulasi ekstrak daun alga coklat *S.cristaefolium* menggunakan metode *freeze dryer* serta dapat mengetahui senyawa bioaktif yang didapat pada pelepasan kapsul oleh penyalut kitosan dan gum arab pada mikrokapsul ekstrak kasar teh alga coklat *Sargassum cristaefolium* dengan menggunakan perlakuan pH yang berbeda.

### 1.5 Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilakukan pada bulan Maret-Juni 2016 di Laboratorium Keamanan Hasil Perikanan, Laboratorium Budidaya Air Tawar Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan, Laboratorium Kimia Universitas Brawijaya, Laboratorium Kimia Industri Politeknik Negeri Malang, Laboratorium Kimia Fakultas Saintek Universitas Islam Negeri Malik Ibrahim Malang, Laboratorium Farmasi

Universitas Airlangga, Laboratorium Sentral Ilmu Hayati (LSIH) Universitas  
Brawijaya dan Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia Jakarta.





## BAB 2

## TINJAUAN PUSTAKA

2.1 *Sargassum Cristaefolium*

*Sargassum cristaefolium* merupakan salah satu jenis alga coklat yang banyak ditemukan di perairan Indonesia. Kelompok ini merupakan komoditi laut yang tumbuh dan berkembang di sepanjang pantai pulau-pulau di Indonesia. *Sargassum cristaefolium* memiliki kenampakan yang kurang menarik, berbau amis dan mudah busuk. Pertumbuhan kelompok ini dapat membentuk padang rumput laut coklat yang cukup luas terutama pada pantai dengan dasar lempengan karang mati (Tambunan *et al.*, 2013). Klasifikasi *Sargassum cristaefolium* menurut *World Register of Marine Species* (2015), adalah sebagai berikut:

|              |                           |
|--------------|---------------------------|
| Kingdom      | : Chromista               |
| Subkingdom   | : Harosa                  |
| Infrakingdom | : Heterokonta             |
| Phylum       | : Ochrophyta              |
| Subphylum    | : Phaeista                |
| Infraphylum  | : Limnista                |
| Superclass   | : Fucistia                |
| Class        | : Phaeophyceae            |
| Order        | : Fucales                 |
| Family       | : Sargassaceae            |
| Genus        | : Sargassum               |
| Subgenus     | : Sargassum-Sargassum     |
| Species      | : Sargassum cristaefolium |

*Sargassum cristaefolium* merupakan salah satu marga *Sargassum* termasuk dalam kelas *Phaeophyceae*. Rumput laut jenis ini memiliki warna coklat tua dan melekat pada substrat dengan *holdfast* berbentuk cakram yang kuat. *Sargassum cristaefolium* mempunyai cabang tegak lurus dan licin namun berbentuk silinder di pangkalnya. Alga ini memiliki cabang alternatif sebagai tempat pelekatan daun. Daun *Sargassum cristaefolium* berbentuk oval dan

memanjang, sedangkan pinggir daun bergerigi jarang, berombak dan ujungnya meruncing agak pipih dengan panjang 1 – 2,5 cm serta memiliki *vesicle* yang melekat pada batang (Sahoo, 2010). Gambar *sargassum cristafolium* dapat dilihat pada Gambar 1.



**Gambar 1. *Sargassum cristaeolum* (A) dan Daun *S. cristaeolum* (B)**  
(Sumberpasir, 2016)

Menurut Boney (1965) dalam Hidayat (2011), karakteristik biologi rumput laut *Sargassum crassifolium* (alga coklat) hidup dan tumbuh di daerah pesisir pantai dengan substrat batu karang. *Sargassum crassifolium* tumbuh di daerah intertidal, subtidal sampai daerah dengan ombak besar dan arus yang deras. Alga ini tumbuh pada daerah tropis dengan suhu 27 – 30 °C, salinitas 32 – 33 ppt dan kedalaman 0,5 – 10 m.

## **2.2 Senyawa Bioaktif *Sargassum cristaeolum***

*Sargassum* merupakan salah satu jenis rumput laut coklat dari Indonesia yang berpotensi sebagai antioksidan (Jhamandas et al., 2005) karena mengandung zat-zat aktif seperti fukoidan (Yunizal, 2003), dan komponen fenolik (Lim et al., 2002). *Sargassum cristaeolum* adalah tumbuhan laut yang mempunyai manfaat sebagai penangkal radikal bebas *Sargassum* merupakan salah satu jenis rumput laut coklat dari Indonesia yang berpotensi sebagai



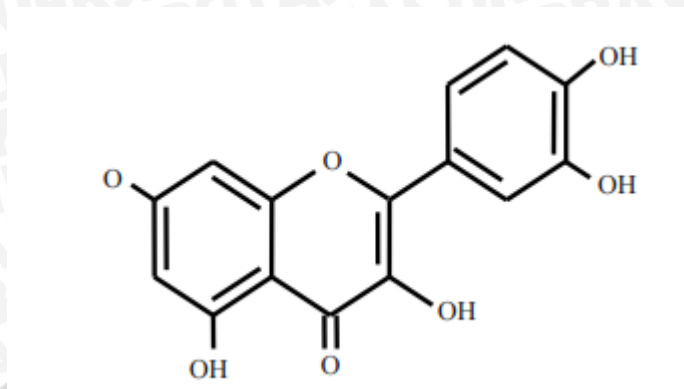
antioksidan alami tumbuh umumnya adalah senyawa fenolik yang dapat berupa golongan flavonoid, turunan asam sinamat, kumarin, dan asam-asam organik polifungsional (Sibuea, 2003). Jenis komponen fenolik yang banyak dijumpai pada rumput laut coklat adalah phlorotanin yang berkisar antara 0.74% sampai 5.06% (Samee *et al.*, 2009).

*Sargassum* mengandung senyawa bioaktif lain, seperti triterpenoid, steroid dan genolat (Anam, 2001). Menurut Prabowo *et al.*, (2014) menyatakan bahwa pada berbagai penelitian tentang senyawa bioaktif telah dilakukan untuk tujuan kesehatan manusia, mulai dari dijadikan suplemen sampai obat bagi manusia. Senyawa bioaktif yang bersifat antioksidan alam banyak ditemukan di dalam kulit buah pada tumbuhan (Lisdawati dan Broto, 2006).

Metabolit sekunder rumput laut merupakan senyawa bioaktif yang dapat dimanfaatkan dan dikembangkan di berbagai bidang. Menurut penelitian Risjani dan Kenty (2009), bahwa senyawa pada ekstrak alga coklat jenis *Sargassum cristaefolium* adalah golongan flavonoid. Flavonoid merupakan salah satu kelompok senyawa metabolit sekunder yang paling banyak ditemukan di dalam jaringan tanaman (Rajalakshmi dan S. Narasimhan, 1985). Flavonoid termasuk dalam golongan senyawa phenolik dengan struktur kimia C<sub>6</sub>-C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub> hasil deasetilisasi kitin (Maslarova, 2001).

Berbagai jenis senyawa, kandungan dan aktivitas antioksidatif flavonoid sebagai salah satu kelompok antioksidan alami yang terdapat pada sereal, sayursayuran dan buah, telah banyak dipublikasikan. Flavonoid berperan sebagai antioksidan dengan cara mendonasikan atom hidrogennya atau melalui kemampuannya mengkelat logam, berada dalam bentuk atau dalam bentuk bebas yang disebut aglikon (Cuppett *et al.*, 1954). Kerangka C<sub>6</sub>C<sub>3</sub>C<sub>6</sub> Flavonoid dapat dilihat pada Gambar 2.





Gambar 2 . Kerangka  $C_6C_3C_6$  Flavonoid (Cuppett et al.,1954)

### 2.3 Teh *Sargassum cristaefolium*

Teh adalah minuman yang mengandung kafein, sebuah infusi yang dibuat dengan cara menyeduh daun, pucuk daun, atau tangkai daun yang dikeringkan dari tanaman *Camellia sinensis* dengan air panas. Teh yang berasal dari tanaman teh dibagi menjadi 4 kelompok: teh hitam, teh oolong, teh hijau, dan teh putih. Seperti halnya masyarakat Cabiya yang memanfaatkan *Sargassum cristaefolium* sebagai minuman teh (Yulianto, 2010).

Novaczek dan Athy (2001) menyatakan dalam bukunya bahwa *Sargassum* dapat dibuat sebagai minuman sejenis *slimming* tea yang direkomendasikan bagi seseorang yang memiliki kelebihan berat badan dan ingin mencoba menurunkan berat badannya. Di Vietnam bagian selatan hingga tengah seperti Khanh Hoa, Quang Nam, Quang Ngai, Binh Dinh, dan lain-lain orang telah memanfaatkan *Sargassum* dan *Porphyra* sebagai minuman teh yang berkhasiat medis. Pemanfaatan teh *Sargassum* oleh masyarakat Vietnam ini telah dilakukan sejak lama (Susanto 2009).

Teh rumput laut coklat bisa digunakan sebagai obat luar yaitu obat antiseptik dan pemeliharaan kulit. Selain itu air rebusan dari *Sargassum*

*cristaefolium* dapat digunakan untuk penyakit gondongan dan penyakit urinaria. Selain itu minuman teh dari rumput laut coklat dapat digunakan untuk mengatasi kegemukan sehingga biasanya teh ini dijadikan sebagai obat diet (Kartika, 2011). Khasiat yang dimiliki oleh minuman teh berasal dari kandungan zat bioaktif yang terdapat pada daun teh. Menurut La Vecchia *et al.*, (1992) teh memiliki khasiat kesehatan karena mengandung zat bioaktif yang disebut polifenol. *Sargassum* sp. merupakan salah satu jenis rumput laut yang banyak mengandung senyawa bioaktif. Pemanfaatan rumput laut jenis *Sargassum* sp. dan *phorphyra* sebagai sumber iodium pada campuran minuman yaitu pada teh yang berkhasiat medis (Susanto, 2003).

Kurangnya pemanfaatan *Sargassum cristaeifolium* dikarenakan alga ini memiliki bau yang sangat amis dan bau yang tidak sedap jika diaplikasikan sebagai bahan dasar produk seperti teh (Supirman, 2013). Menurut hasil penelitian (Kustina 2006) pada uji organoleptik teh alga coklat (*Sargassum* sp.), umumnya panelis tidak menyukai aroma dan rasa teh karena bau yang tidak sedap (seperti bau amis) pada produk teh rumput laut ini.

## 2.4 Enkapsulasi

Enkapsulasi merupakan teknik untuk melindungi bahan inti (*core*) yang aslinya berbentuk cair menjadi bentuk padatan sehingga mudah dalam penanganannya serta dapat melindungi bahan tersebut dari kehilangan *flavour*. Enkapsulasi dapat menjadikan komponen bahan aktif dari minyak atsiri dapat terlindung dari pengaruh lingkungan yang merugikan seperti kerusakan-kerusakan akibat oksidasi, hidrolisis, penguapan atau degradasi oleh panas.

Sedangkan menurut Wu *et al.*, (2000), enkapsulasi adalah suatu proses pembungkusan (*coating*) suatu bahan inti, dalam hal ini adalah bakteri probiotik sebagai bahan inti dengan menggunakan bahan enkapsulasi tertentu, yang bermanfaat untuk mempertahankan viabilitasnya dan melindungi probiotik dari kerusakan akibat kondisi lingkungan yang tidak menguntungkan.

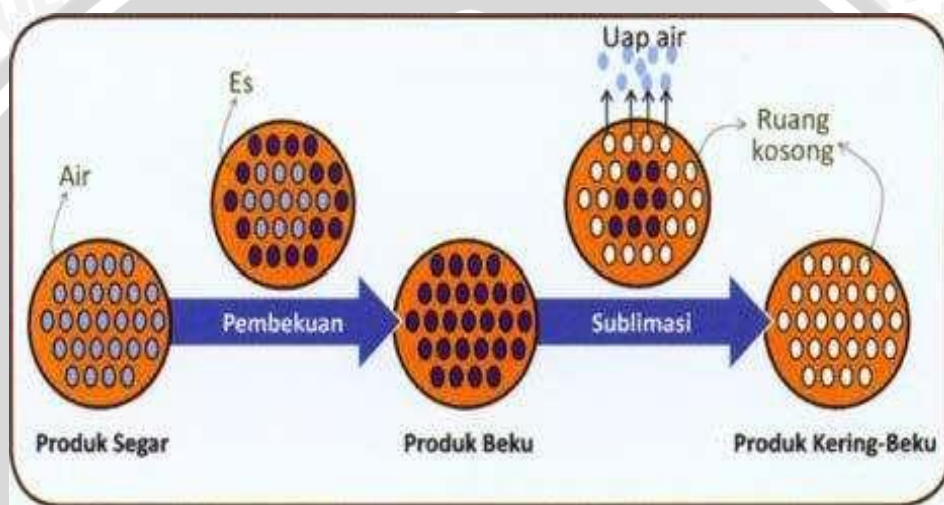
Menurut Wu *et al.*, (2000), beberapa teknik mikroenkapsulasi telah banyak dikembangkan dan dimanfaatkan secara komersial seperti: *spray drying*, *air suspension coating*, *extrusion*, *spray cooling*, *spray chilling*, *centrifugal extrusion*, *rotational suspension separation*, *coacervation*, dan *complexing*. Mikroenkapsulasi bertujuan untuk melindungi komponen bahan yang sensitif dan mengurangi degradasi senyawa aktif dalam bahan.

Menurut Istiyani (2008), faktor yang mempengaruhi keberhasilan mikroenkapsulasi antara lain: sifat fisikokimia bahan inti atau zat aktif, bahan penyalut yang digunakan, tahap proses enkapsulasi (tunggal atau bertingkat), sifat dan dinding mikrokapsul serta kondisi pembuatan (basah atau kering). Bahan enkapsulan dari golongan karbohidrat dibagi menjadi tiga jenis, yaitu: 1. Enkapsulan karbohidrat dari tanaman, seperti: pati dan turunannya, selulosa dan turunannya, gum arabik, gum karaya, mesquite gum, galaktomanan, dan polisakarida; 2. Enkapsulan karbohidrat dari hasil laut, seperti: karagenan dan alginate; 3. Enkapsulan karbohidrat dari hewan dan mikroba, seperti: xanthan, gellan, dextran, dan chitosan (Wandrey *et al.*, 2010).

Menurut Barbosa *et al.* (2005), keuntungan dari teknik enkapsulasi adalah melindungi dan mengontrol pelepasan bahan aktif. Metode enkapsulasi dikembangkan untuk melindungi komponen bioaktif (polifenol, mikronutrient, enzim, dan antioksidan) untuk melindungi dari lingkungan yang



merugikan dan juga mengontrol rilis pada target yang ditujuh (Ezhilarasi, 2012). Menurut Istiyani (2008), metode mikroenkapsulasi akan memberikan beberapa keuntungan, antara lain; (1) zat inti terlindungi akibat adanya enkapsulan, (2) mencegah perubahan warna, bau, dan menjaga stabilitas zat inti yang akan dipertahankan dalam jangka waktu lama, (3) memungkinkan terjadinya pencampuran zat inti dengan komponen lain. Proses pembentukan enkapsulat pengeringan beku dapat dilihat pada Gambar 3.



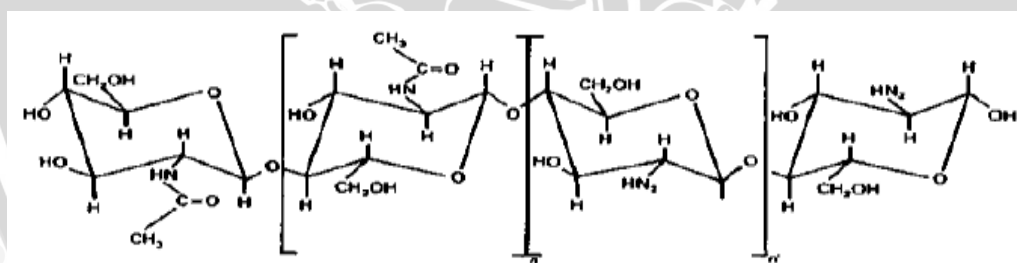
**Gambar 3. Proses pembentukan serbuk enkapsulasi pada pengeringan beku (Hariyadi, 2013)**

## 2.5 Penyalut Kitosan

Menurut Sugita (2009), kitosan adalah poli-(2-amino-2-deoksi- $\beta$ (1-4)-D-glukopiranos) dengan rumus molekul  $(C_6H_{11}NO_4)_n$  yang dapat diperoleh dari deasetilasi dengan berat molekul  $1,063 \times 10^5$  dalton. Kitosan juga dijumpai secara alamiah di beberapa organisme. Kitosan (poly- $\beta$ -1,4-glucosamine) adalah polimer alami yang memiliki struktur molekul menyerupai selulosa dengan perbedaan yang terletak pada gugus rantai C-2, dimana gugus -OH pada C-2 digantikan oleh gugus -NH<sub>2</sub> (Hardjito, 2006).

Kitosan pada pH asam memiliki gugus amin bebas ( $-NH_2$ ) yang berubah bentuk menjadi  $+$  membentuk gugus amino kationik ( $NH_3^+$ ), hal ini menunjukkan bahwa kitosan sangat dipengaruhi viskositas dan berat molekul. Kitosan yang dilarutkan dalam asam, secara proporsional atom hidrogen yang berasal dari radikal amina primernya akan dilepaskan sebagai proton, yang mengakibatkan larutan akan bermuatan positif sehingga jika ditambahkan molekul lain sebagai pembawa muatan negatif, dengan mekanisme itulah kitosan bisa membentuk gel pada pH asam (Harianingsih, 2010).

Kitosan adalah polimer alami yang diperoleh oleh deasetilasi dari kitin. Secara biologis aman, tidak beracun, polisakarida yang biodegradable dan biokompatibel (Shivashankar *et al.*, 2011). Sifat fisik yang khas dari kitosan yaitu mudah dibentuk menjadi spons, larutan, gel, pasta, membran dan serat yang sangat berperan dalam aplikasinya (Kaban, 2009). Struktur molekul kitosan dapat dilihat pada Gambar 4.



**Gambar 4 . Struktur Molekul Kitosan (Kurniasih dan Dwi, 2011)**

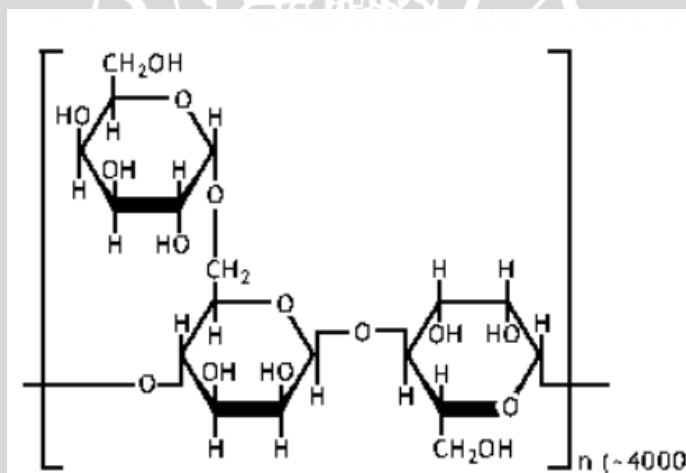
Menurut Onsoyen and Skaugrud (1990), kitosan merupakan molekul polimer yang mempunyai berat molekul tinggi. Kitosan dengan berat molekul tinggi didapati mempunyai viskositas yang baik dalam suasana asam. Sedangkan menurut Kumar (2000), pada umumnya polisakarida alami seperti selulosa, dekstrin, pektin, alginat, agar-agar, karagenan bersifat netral atau sedikit asam, sedangkan kitin dan kitosan bersifat basa.



## 2.6 Penyalut Gum Arab

Gum arab dihasilkan dari getah *Acacia sp.* yang merupakan serangkaian satuan-satuan D-galaktosa, L-arabinosa, asam D-galakturonat dan L-ramnosa. Gum arab memiliki berat molekul antara 250.000 – 1.000.000 delton dan lebih mudah larut dalam air atau pelarut organik dibandingkan hidrokoloid lainnya. Gum dimurnikan melalui proses pengendapan dengan menggunakan etanol dan diikuti proses elektrodialisis (Stephen and Churms, 1995).

Menurut Kanakdande et al., (2007) menggunakan gum arab, maltodekstrin, dan pati termodifikasi yang telah dikomersilkan (*Hi-cap*) sebagai bahan penyalut oleoresin jantan. Jenis bahan penyalut yang sering digunakan adalah golongan gum, karbohidrat, dan protein. Gum arab dapat menghasilkan emulsi yang stabil (Gharsallaoui et al., 2007). Penggunaan Gum arab sebagai bahan penyalut dapat melindungi senyawa volatil dari oksigen dan penguapan. Struktur Kimia Gum Arab dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Struktur Primer Gum Arab (Rini et al., 2012)

Gum arab adalah satu bahan pelapis yang digunakan dalam mikroenkapsulasi minyak dan rasa. Gum arab berperan sebagai pengemulsi yang baik karena memiliki kandungan protein kecil di komposisinya. Selain itu, gum arab juga mempunyai kelarutan yang tinggi dan viskositas yang rendah



dalam larutan bila dibandingkan dengan hidrokoloid lainnya (Tono *et al.*, 2011).

Komponen gum arab dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Komponen Gum Arab

| Komponen        | Nilai           |
|-----------------|-----------------|
| Galaktosa       | $36,2 \pm 2,3$  |
| Arabinosa       | $30,5 \pm 3,5$  |
| Rhamnosa        | $13,0 \pm 1,1$  |
| Asam Glukoronik | $19,5 \pm 0,2$  |
| Protein         | $2,24 \pm 0,15$ |

Sumber: Glicksman (1992) dalam Setyawan (2007)

## 2.7 Pelepasan Enkapsulan Oleh pH

Mekanisme pelepasan enkapsulat sangat dipengaruhi dengan bahan penyalut yang digunakan. Menurut Muzzarelli and Muzzarelli (1998), melalui penelitiannya melaporkan pada pH 5,2 struktur molekul kitosan tidak stabil. Gugus amino bebas membentuk ikatan hidrogen secara intermolekuler yang berikatan dengan oksigen.

Menurut Nata *et al.*, (2007) menyatakan bahwa mekanisme difusi ketoprofen tersalut kitosan gom guar diawali dengan proses pembengkakan saat membran bersentuhan dengan cairan, selanjutnya pembentukan dan pembukaan pori membran melepaskan obat dari matriks. Semakin tebal lapisan gel yang harus dilewati ketoprofen, semakin besar penghalang bagi ketoprofen untuk berdifusi keluar. Hal ini disebabkan air dari larutan buffer masuk ke dalam permukaan mikrokapsul. Mikrokapsul berinteraksi dengan melintasi pori – pori permukaan matriks kitosan dan mengalami perpecahan. Yakni terjadi perembasan cairan masuk ke dalam matriks kitosan kemudian mengembang dan pecah (Herdini, 2010).

Pelepasan penyalut terjadi secara difusi, degradasi polimer, dan kombinasi dari difusi dan degradasi. Difusi terjadi ketika zat aktif mengalir melalui pori-pori

yang terdapat pada matrix polimer atau melalui ruang antara rantai-rantai polimer. Degradasi polimer biasanya untuk bahan penyalut berupa polimer *biodegradable* yang ditandai dengan rusaknya enkapsulat. Gabungan dari difusi dan degradasi dapat terjadi dimana cairan masuk kedalam matriks polimer dan menyebabkan terjadinya pengembangan (*swelling*) (Annisa, 2011).

## 2.8 SEM (*Scanning Electron Microscope*)

*Scanning Electron Microscope* (SEM) merupakan suatu instrumen yang dapat digunakan untuk melihat partikel-partikel yang berukuran mikro. SEM dapat digunakan untuk melihat bentuk, dan ukuran partikel produk terenkapsulasi serta mengetahui morfologi permukaan bahan. Hasil yang diperoleh dari karakterisasi SEM dapat dilihat secara langsung pada hasil SEM berupa *Scanning Electron Microscope* yang menyajikan dalam bentuk tiga dimensi berupa gambar atau foto (Shaikh *et al.*, 2006).

Hendrawan (2010), SEM mempunyai resolusi tinggi sampai 150.000 kali dan dapat digunakan untuk mengamati objek benda berukuran nanometer untuk pemindahan dalam arah horizontal. Sedangkan pemindahan secara vertikal (tinggi rendahnya struktur) resolusinya masih rendah. Hal ini merupakan kelemahan dari SEM yang belum diketahui pemecahannya.

Menurut Respati (2008), cara kerja dari mikroskop scanning electron adalah sinar dari lampu dipancarkan pada lensa kondensor, sebelum masuk pada lensa kondensor ada pengatur dari pancaran sinar elektron yang ditembakkan. Sinar yang melewati lensa kondensor diteruskan lensa objektif yang dapat diatur maju mundurnya. Sinar yang melewati lensa objektif diteruskan pada spesimen yang diatur miring pada pencekamnya, spesimen ini disinari oleh



deteksi x-ray yang menghasilkan sebuah gambar yang diteruskan pada layar monitor.

SEM memiliki banyak keuntungannya jika dibandingkan dengan menggunakan mikroskop cahaya. SEM menghasilkan bayangan dengan resolusi yang tinggi, yaitu dalam jarak yang sangat dekat tetap dapat menghasilkan perbesaran yang maksimal tanpa memecahkan gambar. Kelebihan dari SEM diantaranya tidak memerlukan persiapan sampel secara khusus. Ketebalan sampel tidak berpengaruh terhadap hasil seperti halnya pada TEM (*Transmission Electron Microscopy*) (Muller, 2008).

## 2.9 Spektrofotometri UV-Vis

Menurut Faisal (2012), spektrofotometri merupakan suatu metode analisa yang didasarkan pada pengukuran serapan sinar monokromatis oleh suatu lajur larutan berwarna pada panjang gelombang spesifik dengan menggunakan monokromator prisma atau kisi difraksi dengan tabung foton hampa. Menurut Skoog & West (1971), metode Spektrofotometri Ultra-violet dan Sinar Tampak telah banyak diterapkan untuk penetapan senyawa-senyawa organik yang umumnya dipergunakan untuk penentuan senyawa dalam jumlah yang sangat kecil.

Menurut Dachriyatus (2004), pada umumnya spektrofotometri ultraviolet dalam analisis senyawa organik dapat digunakan untuk : 1) Menentukan jenis khromofor, ikatan rangkap yang terkonyugasi dan auksokhrom dari suatu senyawa organik, 2) Menjelaskan informasi dari struktur berdasarkan panjang gelombang serapan maksimum suatu senyawa, 3) Mampu menganalisis senyawa organik secara kuantitatif dengan menggunakan hukum Lambert-Beer.



### 2.10 FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*)

Menurut Anam (2007), FT-IR merupakan salah satu instrumen yang menggunakan prinsip spektroskopi. Spektroskopi adalah spektroskopi inframerah yang dilengkapi dengan transformasi fourier untuk deteksi dan analisis hasil spektrumnya. Spektroskopi inframerah berguna untuk identifikasi senyawa organik karena spektrumnya yang sangat kompleks yang terdiri dari banyak puncak-puncak (Chusnul, 2011). Spektrofotometri infra-merah juga digunakan untuk penentuan struktur, khususnya senyawa organik dan juga untuk analisis kuantitatif, seperti analisa kuantitatif pencemaran udara, misalnya karbon monoksida dalam udara dengan teknik non-dispersive (Khopkar, 2003).

Prinsip kerja FTIR adalah mengenali gugus fungsi suatu senyawa dari absorbansi inframerah yang dilakukan terhadap senyawa tersebut. Pola absorbansi yang diserap oleh tiap-tiap senyawa berbeda-beda, sehingga senyawa-senyawa dapat dibedakan dan dikuantifikasikan (Sankari, 2010).

### 2.11 LC-MS (*Liquid Chromatography- Massa Spectrometry*)

Spektrometri massa adalah penguraian senyawa organik dan perekaman pola fragmentasi menurut massanya. Uap cuplikan akan berdifusi kedalam sistem spektrometer massa yang bertekanan rendah, lalu diionkan untuk memutuskan ikatan kimia. Ion positif yang dihasilkan dipercepat dalam medan magnet yang menyebarkan ion tersebut dan memungkinkan mengukur kelimpahan disetiap ion terhadap massa merupakan grafik spektrum massa yang terdiri atas sederetan grafis yang intensitasnya berbeda-beda pada satuan massa yang berlainan (Gandjar dan Rohman, 2007).

Menurut Vogeser dan Christoph (2008), kelebihan metode LC-MS meliputi: 1). Spesifitas (hasil analisis yang spesifik diperoleh dari penggunaan

spektrometer massa sebagai detektor, 2). Aplikasi yang luas dan praktis, 3). Fleksibilitas, dan 4). Kaya Informasi (data kualitatif dan kuantitatif dapat diperoleh).

Prinsip dasar deteksi spektrometri massa Massa spektrometri (MS) telah digambarkan sebagai skala terkecil, bukan karena ukuran dan berat molekulnya. teknik microanalytical ini dapat digunakan secara selektif untuk mendeteksi dan menentukan jumlah dari senyawa tertentu (Watson & Sparkman, 2007). MS juga digunakan untuk menentukan komposisi unsur dan beberapa aspek dari struktur molekul suatu senyawa. Fitur unik dari MS termasuk dalam kapasitas untuk penentuan langsung massa suatu senyawa, untuk memproduksi dan mendeteksi fragmen dari molekul yang sesuai dengan kelompok atom tertentu yang berbeda elemen menampilkan profil strukturnya (Watson & Sparkman, 2007).

## **2.12 KLT (Kromatografi Lapis Tipis)**

KLT merupakan salah satu teknik pemisahan. Cuplikan yang akan dipisahkan akan terdistribusi diantara 2 fase, yaitu fase diam dan fase gerak sehingga terurai menjadi komponen-komponen tunggal (Stoenoiu *et al.*, 2006). Teknik kromatografi lapis tipis (KLT) dipilih pada penelitian ini karena memiliki beberapa keunggulan, yaitu mudah dalam preparasi sampel, kesederhanaan dalam prosedur kerja, biaya operasional yang rendah (relatif murah) karena sampel dan standar dapat diujikan dalam waktu yang sama, volume pelarut yang digunakan sedikit, selektif dan sensitif, serta kromatogramnya dapat diamati secara visual (Kimura *et al.*, 2008).

Menurut Stahl (1985), fase gerak yang digunakan dalam KLT dikelompokkan ke dalam 2 kelompok, yaitu untuk pemisahan senyawa hidrofil dan lipofil. Eluen untuk pemisahan senyawa hidrofil meliputi air, metanol, asam

asetat, etanol, isopropanol, aseton, n-propanol, tert-butanol, fenol, dan n-butanol sedangkan untuk pemisahan senyawa lipofil meliputi etil asetat, eter, kloroform, benzena, toluena, sikloheksana, dan petroleum eter.





## BAB 3

### METODELOGI PENELITIAN

#### 3.1 Materi Penelitian

Materi penelitian terdiri dari bahan penelitian dan alat penelitian. Bahan dan alat pada penelitian ini antara lain:

##### 3.1.1 Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi bahan utama, bahan untuk proses pembuatan serbuk daun *Sargassum cristaefolium*, ekstrak teh *Sargassum cristaefolium*, bahan enkapsulasi, perlakuan pH, bahan pengujian flavonoid. Bahan utama yaitu alga coklat jenis *Sargassum cristaefolium* yang diperoleh dari Talango, Kabupaten Sumenep, Madura Jawa Timur.

Bahan-bahan yang digunakan untuk proses pembuatan teh *Sargassum cristaefolium* adalah rumput laut yang telah direndam dalam larutan kapur dan diangin-anginkan dengan sinar matahari. Bahan yang digunakan dalam proses ekstraksi adalah etanol PA, aluminium foil, kertas saring *whatman 1*, kertas label, plastik *wrab*, tissue dan kertas label. Bahan-bahan yang digunakan untuk enkapsulasi adalah kitosan, gum arab, aquades, aluminium foil, plastik *wrap*, tissue, kertas label. Bahan yang digunakan dalam perlakuan pH 3, pH 6 dan pH 8 adalah asam sitrat monohidrat, dinatrium fosfat, aquades, kertas saring *whatman 41*, tissue, kertas label. Bahan-bahan yang digunakan untuk pengujian yaitu tissue, karet gelang, etanol 100%, plastik *wrap*, kertas saring *whatman 1*, kertas label.

##### 3.2.2 Alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi bahan utama, bahan untuk proses pembuatan serbuk daun *Sargassum cristaefolium*, ekstrak teh

*Sargassum cristaefolium*, bahan enkapsulasi, perlakuan pH, bahan pengujian flavonoid. Alat yang digunakan pada proses pembuatan teh *S. cristaefolium* adalah gunting, terpal, ember, selang, karung goni, blender, ayakan 60 mesh, kuas kecil, toples ukuran sedang, sendok, kertas label, baskom, 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* 2000 rpm, *rotary evaporator*, cuvet, corong, botol kaca 250 ml. 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 dry*. Alat yang digunakan untuk pengujian spektrofotometri UV-Vis adalah Carry 50 versi 3,00 dengan panjang gelombang 404,0 kecepatan 0,1000 dengan 3 kali pengulangan, *Scanning Electron Microscopy* (SEM), *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR), *Liquid Chromatography Massa Spectrometry* (LC-MS).

### 3.2 Metode Penelitian

Metode yang digunakan dalam penelitian ini merupakan metode deskriptif-eksploratif. (tanpa hipotesis) untuk mendapatkan kesimpulan mengenai kandungan senyawa bioaktif yang ada pada ekstrak kasar teh *Sargassum cristaefolium* dengan uji SEM, uji UV-Vis, Uji FTIR, uji LC-MS dan uji KLT dengan diperkuat pustaka sebagai penunjang. Umumnya, penelitian eksploratif bertujuan untuk mendapatkan data dasar, yang diperlukan sebagai dasar penelitian lebih lanjut. Penelitian eksploratif tidak menggunakan hipotesis (Ritonga 2005).



### 3.3 Prosedur Penelitian

Prosedur penelitian meliputi pembuatan ekstrak kasar teh *Sargassum cristaefolium*, pengujian total padatan, pembuatan bahan enkapsulasi, perlakuan pH, pengujian flavonoid dengan SEM, spektrofotometri UV-VIS, FTIR, LC-MS, dan Uji KTL.

#### 3.3.1 Pengeringan Sampel menggunakan Metode (Yuan *et al.*, 2015 dan Masduqi *et al.*, 2014 yang telah dimodifikasi)

Sampel alga coklat *Sargassum cristaefolium* dicuci terlebih dahulu kemudian diambil daunnya dengan menggunakan gunting atau kater, setelah itu direndam selama 4 jam dengan air kapur ( $\text{CaCO}_3$ ) dengan menggunakan parameter pH 11 dengan perbandingan kira-kira 250 ml air: 1 g kapur: 12,5 g alga, tujuan perendaman menggunakan air kapur adalah agar bau amis yang ada pada rumput laut berkurang. Kemudian dilakukan perendaman selama 24 hari dengan air tawar dengan pergantian air tiap pagi dan sore. Tujuan dari pergantian tiap pagi dan sore ini adalah untuk menghilangkan sisa-sisa zat kapur yang menempel pada daun rumput laut. Setelah 1 hari perendaman kemudian ditiriskan supaya kandungan air yang ada pada rumput laut dapat berkurang atau hilang, setelah itu baru dikeringkan menggunakan oven bersuhu  $50^\circ\text{C}$  selama 15-30 menit sampai sampel terlihat kering.

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

Uji total padatan ini dilakukan untuk menentukan volume yang ditambahkan pada larutan penyalut (formulasi mikrokapsul). Sebelum dilakukan uji, terlebih dahulu dilakukan preparasi botol timbang, di mana botol timbang dengan tutup setengah tertutup dioven dengan suhu  $105^\circ\text{C}$  selama 1 jam. Setelah 1 jam, botol timbang dimasukkan desikator selama 15 menit/sampai dingin kemudian



ditimbang beratnya. Proses tersebut diulang sampai diperoleh berat botol timbang konstan (A).

Untuk pengujian, ekstrak pekat yang dihasilkan dari evaporasi dikocok agar persebaran padatan 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  $105^{\circ}\text{C}$  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). Kadar padatan total kemudian dihitung (Lampiran 12).

### **3.3.3 Pembuatan Ekstrak Teh *Sargassum cristaefolium* dengan (Metode Anaelle *et al.*, 2013; Ambika dan Sujatha, 2015; Septiana dan Asnani, 2012; serta Devi *et al.*, 2012 yang telah dimodifikasi)**

Sampel rumput laut kering diblender kemudian diayak dengan ayakan 60 mesh, tujuan menggunakan ayakan 60 mesh ini agar supaya partikel-partikel halus dan memperluas permukaan untuk mempermudah proses ekstraksi. Setelah itu serbuk rumput laut ditimbang sebanyak 80 gram dan dilakukan perendaman menggunakan etanol PA sebanyak 450 ml. Kemudian diaduk dengan menggunakan *magnetic stirer* dan *hot plate* pada suhu  $40^{\circ}\text{C}$  selama kurang lebih 3 jam fungsi pengadukan menggunakan *magnetic stirer* ini adalah agar tidak terjadi penggumpalan pada sampel yang dilaurutkan dengan etanol sehingga sampel homogen secara merata

Setelah 3 jam larutan kemudian dimasukkan kedalam cuvet dan *disentrifugasi* dengan kecepatan 4000 rpm selama 10 menit tujuan dari sentrifugasi ini agar padatan dan laurtan dapat terpisah sehingga mempermudah proses filtrasi yang dilakukan dengan menggunakan kertas *Whatman* nomor 1.

Kemudian dipekatkan dengan *rotary evaporator* suhu 40°C dengan kecepatan 45 rpm, dan didapatkan hasil ekstraksi pekat teh *Sargassum cristaefolium*.

### 3.3.4 Mikroenkapsulasi menggunakan (Metode Fernadez *et al.*, 2014; 2016; dan Saikia *et al.*, 2015 yang telah dimodifikasi).

Kitosan sebanyak 5 gram (5%) dan gum arab sebanyak 5 gram (5%) dilarutkan dalam 100 ml aquades dingin kemudian di homogenkan dengan maknetic stirrer dengan suhu larutan dinaikkan hingga mencapai 70°C, Kemudian kedua sampel penyalut tersebut dijenuhkan selama semalam dalam suhu ruang dalam kondisi dimasukkan kedalam botol gelap yang ditutup kertas alufo, dan didapatkan larutan penyalut 20%. Kemudian ditambahkan 25% ekstrak dari konsentrasi penyalut (5 gram) dan dihomogenkan menggunakan *magnetic 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 cristaefolium*.

### 3.3.5 Perlakuan pH (Gad, 2008 dan Desai *et al.*, 2008 yang telah dimodifikasih)

Untuk perlakuan pH tahap awal yang harus dilakukan adalah membuat stok larutan. Larutan buffer pH menggunakan larutan dengan dinatrium fosfat 0,2 M dan asam sitrat monohidrat 0,1 M. Pembuatan larutan stok dinatrium fosfat 0,2 M dilakukan dengan melarutkan 2,84 gram dinatrium fosfat dengan aquadest sampai 100 ml, lalu dihomogenkan. Sedangkan pembuatan larutan stok asam sitrat monohidrat 0,1 M dilakukan dengan melarutkan 2,10 gram asam sitrat monohidrat dengan aquades sampai 100 ml, lalu di homogenkan.

Tahap selanjutnya untuk pembuatan buffer pH 3, 6 dan 8 dengan mencampurkan larutan natrium 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 2.

Tabel 2. Komposisi Larutan Buffer

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

Setelah larutan buffer siap , kemudian sampel mikrokapsul ditimbang, untuk masing-masing buffer 3 jam, kemudian disaring untuk memisahkan residu dan filtrate.residu kemudian dikeringkan dengan dibiarkan pada suhu ruang. Setelah residu kering, didapatkan sampel yang siap untuk diuji SEM, Spektrofotometri UV-Vis, FTIR dan LC-MS.

### 3.3.6 Uji Kromatografi Lapis Tipis (Kualitatif) (Maobe et al., 2012)

Uji KLT bertujuan untuk mengetahui secara kualitatif senyawa apa yang terkandung dalam sampel. Sebelum dilakukan pengujian, dilakukan preparasi terlebih dahulu, di mana 0,5 g sampel dan kuersetin (standar) masing-masing dilarutkan dalam 2 ml pelarut, sedangkan *chamber* dijenuhkan dengan fase cair berupa etanol PA sekitar 10 ml dan fase gerak berupa plat KLT dipotong dengan ukuran 5x1 cm lalu diberi garis start sekitar 1 cm dari ujung bawah dan garis finish sekitar 0,5 cm dari ujung atas. Setelah sampel, *chamber* dan plat siap, kemudian sampel dan standar masing-masing ditotolkan di 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  $R_f$  dengan rumus sebagai berikut.

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

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



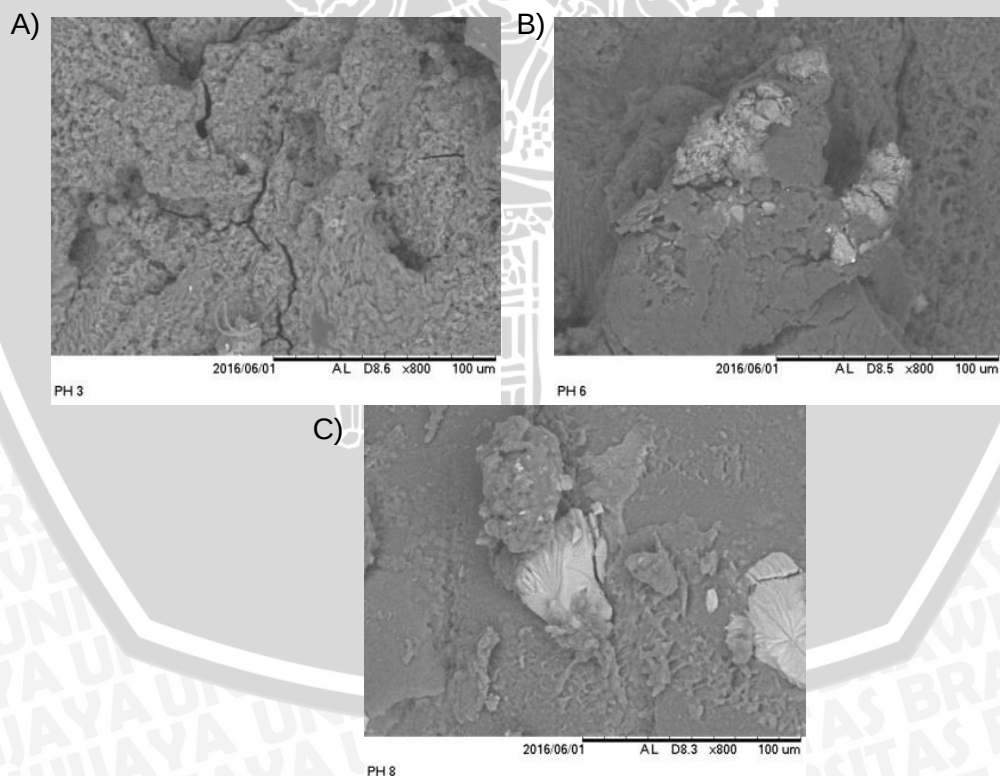
## BAB 4

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil penelitian terhadap enkapsulasi ekstrak kasar teh *Sargassum cristaefolium* dengan penyalut kitosan dan gum arab dengan menggunakan beberapa metode pengujian yaitu SEM, UV-Vis, FTIR, LC-MS dan KLT.

**4.1 Hasil Scanning Electron Microscopy (SEM)**

Hasil dari uji SEM digunakan untuk mengetahui struktur permukaan mikroenkapsul pada ekstrak teh *Sargassum cristaefolium* pada perlakuan pH berbeda yaitu pH 3, pH 6, dan pH 8 yang kemudian diamati menggunakan SEM dengan perbesaran 300x, Hasil Uji SEM dapat dilihat pada Gambar 6.

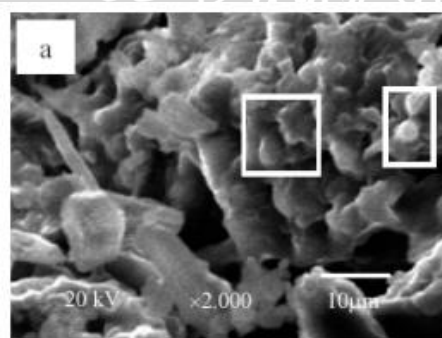


**Gambar 6. Struktur Mikro kapsul Ekstrak Teh Ph (A) 3 (B) 6 dan (C) 8 (Labolatorium Sentral Ilmu Hayati UB, 2016)**

Hasil dari pengujian SEM *Sargassum crostaefolium* dengan perlakuan pH yang berbeda didapatkan hasil, pada struktur permukaan penyalut pH 3 yang ditunjukkan oleh Gambar A permukaan terlihat lebih kasar, banyak rongga tidak beraturan dan terdapat retakan pada beberapa sisi yang lebih terlihat jelas, sedangkan untuk pH 6 yang ditunjukkan oleh gambar B permukaan lebih halus dan hanya terdapat beberapa retakan halus, sedangkan untuk pH 8 yang ditunjukkan oleh gambar C terlihat tonjolan kasar dengan permukaan yang halus dan hampir tidak ada retakan.

Pada pH 3 merupakan perlakuan terbaik dalam pelepasan penyalut dengan struktur permukaan yang berongga-rongga dan tidak beraturan hal ini sesuai dengan pernyataan Chranioti dan Constantine (2013), menyatakan bahwa bentuk yang tidak beraturan dan berongga – rongga terjadi karena penyalut kitosan menggumpal pada pH asam.

Sugita *et al.*, (2007) melaporkan bahwa hasil uji disolusi mikrokapsul tersalut kitosan-gom guar pada medium buatan untuk lambung (larutan KCl-HCl pH 1,2), foto SEM-nya menunjukkan bahwa setelah menit ke 30 proses, mikrokapsul ketoprofen terurai dan hancur sehingga pelepasan menjadi tidak terkendali. Foto SEM menit ke 30 dapat dilihat pada Gambar 7.

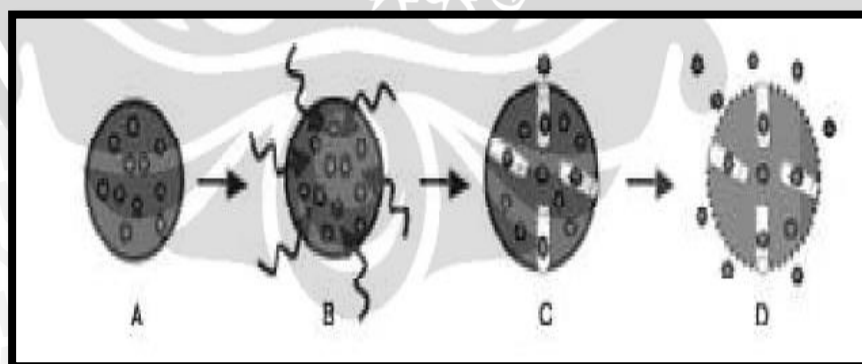


**Gambar 7. Foto SEM menit ke 30 (Sugita *et al.*, 2007)**



Pada pH dibawah 4, kebanyakan grup amino kitosan terprotonasi dan menyebabkan pembengkakan (*swelling*) pada ikatan polimer sehingga mengakibatkan putusnya ikatan pada molekul kitosan. Kondisi asam merupakan kondisi optimal untuk proses hidrolisa kitosan (Nystrom et al., 1999). Menurut Muzzarelli and Muzzarelli (1998), melalui penelitiannya melaporkan pada pH 5,2 struktur molekul kitosan tidak stabil. Gugus amino bebas membentuk ikatan hidrogen secara intermolekuler yang berikatan dengan oksigen.

Mekanisme pecahnya enkapsulat air dari larutan buffer masuk ke dalam permukaan mikrokapsul. Mikrokapsul berinteraksi dengan melintasi pori – pori permukaan matriks kitosan dan mengalami perpecahan. Yakni terjadi perembasan cairan masuk ke dalam matriks kitosan kemudian mengembang dan pecah (Herdini, 2010). Hasil yang sama oleh penelitian Nata *et al.* (2007), menyatakan bahwa mekanisme pH dalam melepaskan enkapsulat yaitu melalui proses difusi ketoprofen tersalut kitosan – gum guar diawali dengan proses pembengkakan saat membran bersentuhan dengan cairan. Selanjutnya pembentukan dan pembukaan pori membran melepaskan obat dari matriks. Semakin tebal lapisan gel yang harus dilewati ketoprofen, semakin besar penghalang bagi ketoprofen untuk berdifusi keluar. Proses pelepasan penyalut dapat dilihat pada Gambar 8.



**Gambar 8. Proses pelepasan penyalut (Annisa, 2011)**

## 4.2 Pendugaan Senyawa Bioaktif

### 4.2.1 Hasil Uji UV-Vis

Sampel mikroenkapsulat ekstrak kasar teh *sargassum cristaefolium* dengan perlakuan pH yang berbeda diuji dengan menggunakan panjang gelombang 404 nm. Hal tersebut didasarkan pada hasil uji panjang gelombang absorbansi maksimum quercetin (Lampiran 16). Hasil absorpsi sampel (Lampiran 17) dan kadar equivalen (kurva standar quercetin pada lampiran dan perhitungan pada lampiran 18) dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 4. Hasil Spektrofotometri UV-Vis

| Sampel<br>(10.000 ppm) | Absorbansi<br>(404 nm) | Total flavonoid |
|------------------------|------------------------|-----------------|
| pH 3                   | 1,3594                 | 0,205192        |
| pH 6                   | 0,2625                 | -0,07281        |
| pH 8                   | 0,2965                 | -0,06388        |

Sumber: Lab. Kimia UIN Maliki Malang, 2016

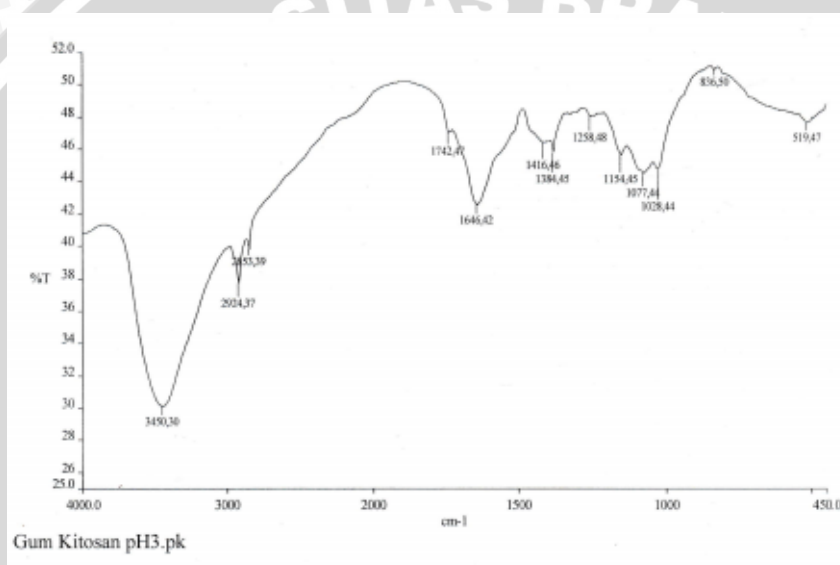
Berdasarkan uji spektrofotometri UV-Vis pada tabel, dapat dilihat sampel positif mengandung senyawa flavonoid. Sampel pada pH 3 didapatkan nilai absorpsi tertinggi hal tersebut diduga kapsul yang menyalut terjadi keretakan sehingga senyawa pada mikrokapsul keluar dari penyalutnya. Hal tersebut sesuai dengan hasil uji SEM yang pada pH 3 mengalami banyak keretakan, sehingga sampel pada pH 3 memiliki total flavonoid tertinggi.

Menurut Neldawati *et al.*, (2013) spektrum serapan ultra violet dan serapan tampak merupakan cara tunggal yang paling bermanfaat untuk mengidentifikasi struktur flavonoid. Flavonoid mengandung sistem aromatis yang terkonjugasi dan dapat menunjukkan pita serapan kuat pada daerah UV-Vis. Metode tersebut juga dapat digunakan untuk melakukan uji secara kuantitatif, untuk menentukan jumlah flavonoid yang terdapat dalam ekstrak metanol juga

dilakukan dengan spektrofotometer UV-Vis yaitu dengan mengukur nilai absorbansinya. Pada uji flavonoid standar yang digunakan adalah flavonoid rutin (quersetin) (Slimestad, 2005).

#### 4.2.2 Hasil Uji FTIR

Hasil FTIR yang akan menunjukkan gugus-gugus fungsional yang diduga terdapat pada mikroenkapsul ekstrak kasar teh *Sargassum cristaefolium* pada pH 3 yang dapat dilihat pada (Lampiran 19) serta Gambar 9 dan Tabel 4.



**Gambar 9. Hasil Uji FTIR mikroenkapsul ekstrak kasar teh *S. cristaefolium* (Labolatorium Farmasi Unair, 2016)**

**Tabel 4. Tabel Hasil pendugaan gugus dari FTIR**

| Sampel            |              |                                 |
|-------------------|--------------|---------------------------------|
| Daerah serapan    | Gugus dugaan |                                 |
| 3450,30           | O-H          | Alkohol, Fenol, ikatan hidrogen |
| 2924,37 & 2853,39 | C-H          | Alifatik                        |
| 1742,47           | C=O          | Keton                           |
| 1646,42           | C=C          | Aromatik                        |
| 1416,46-1384,45   | C-H          |                                 |
| 1258,48-1028,44   | C-O          |                                 |
| 836,50            | C-H          |                                 |

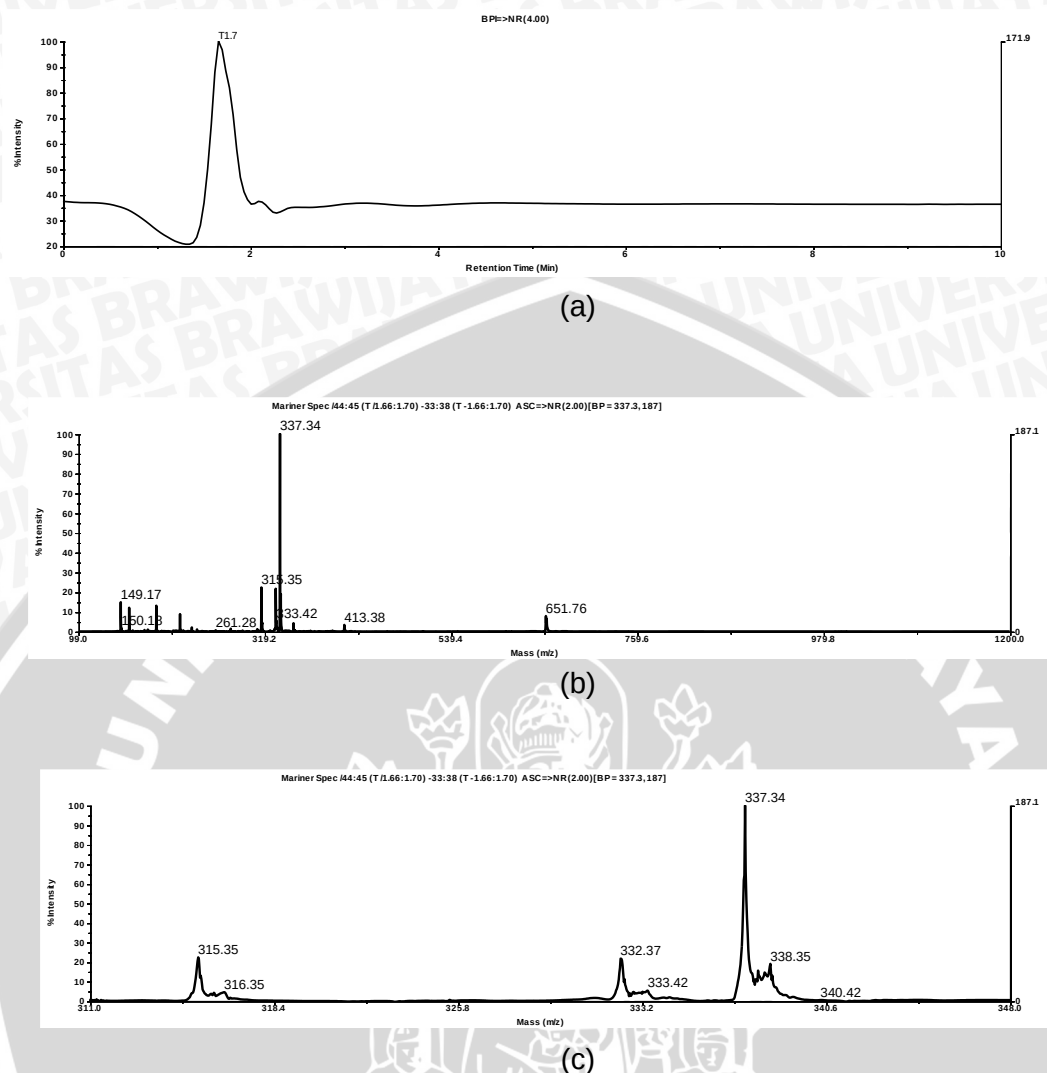
Sumber: Labolatorium Farmasi Unair, 2016



Pengamatan dengan pengujian spektrokopi FTIR ini dilakukan untuk mengetahui keberadaan gugus fungsional pada senyawa OH (asam karboksilat), C-H (alifatik), C=O (keton), dan C=C (aromatik). Pengamatan dilakukan pada bilangan gelombang 450-4000  $\text{cm}^{-1}$  dengan intensitas %T. Hasil pengamatan dapat dilihat pada gambar. Spektra FTIR senyawa bioaktif mikroenkapsul ekstrak kasar teh *sargassum cristaefolium* yang secara umum menunjukkan 4 pola puncak dengan nilai intensitas transmitansi dan bilangan gelombang yang berbeda. Pada gugus hidroksil OH (alkohol, fenol) didapatkan nilai 3450,30 senyawa ini diperkuat dengan adanya gugus hidroksil C-O dengan nilai 1258,48-1028,44 sedangkan puncak bilangan gelombang pada O-H yaitu antara 4000  $\text{cm}^{-1}$  sampai 3000  $\text{cm}^{-1}$ . Pada gugus C-H (alifatik) didapatkan nilai 2924,37 dan 2853,39 senyawa ini diperkuat dengan adanya C-H dengan nilai 1416,46-1384,45 sedangkan puncak bilangan gelombang C-H yaitu antara 3000  $\text{cm}^{-1}$  sampai 2000  $\text{cm}^{-1}$ . Pada gugus hidroksil C=O (keton) nilai didapatkan 1742,47 pada senyawa ini tidak terdapat senyawa pendukung, puncak bilangan gelombang C=O yaitu antara 2000  $\text{cm}^{-1}$  sampai 1500  $\text{cm}^{-1}$ . Dan pada gugus C=C (aromatik) didapatkan nilai 1646,42 senyawa ini diperkuat dengan dengan adanya C-H dengan nilai 836,50 sedangkan puncak bilangan gelombang C=C yaitu antara 2000  $\text{cm}^{-1}$  sampai 1500  $\text{cm}^{-1}$ .

#### 4.2.3 Hasil Uji LC-MS

Identifikasi untuk menemukan profil senyawa dan berat molekul yang terdapat pada mikroenkapsul ekstrak kasar teh *sargassum cristaefolium* dengan menggunakan uji LC-MS. Hasil uji LC-MS (Lampiran 20) hasil tersebut menunjukkan 1 puncak waktu yaitu 1,7 menit. Pola spektrum LC-MS dapat dilihat pada Gambar 10.



**Gambar 10. (a) Spektrum LC (b,c) Spektrum MS, Mikroenkapsul ekstrak kasar teh *sargassum cristaefolium* pada pH 3. (LIPI Jakarta, 2016)**

Dari hasil spektrum LC-MS berupa kromatogram yang ditunjukkan dengan suatu grafik dengan beberapa *peak* yang ada diduga terdapat fragmentasi senyawa dengan berat molekul sebesar 315,35 m/z yang berada pada puncak bilangan gelombang antara 311,0  $\text{cm}^{-1}$  sampai 318,4  $\text{cm}^{-1}$  kemudian dilakukan penembakan dengan ion positif M+H sehingga didapatkan senyawa dengan berat molekul 314,35 m/z. Berdasarkan penelusuran berat molekul golongan flavonoid pada *massbank*, senyawa dengan berat molekul 314 m/z diduga adalah senyawa flavonoid turunan dari kuersetin yaitu 3,7-Dihidroksi-

3',4'-dimetoksiflavin dengan rumus kimia  $C_{17}H_{14}O_6$ . Senyawa tersebut juga memiliki gugus-gugus fungsional yang ditunjukkan oleh hasil FT-IR yaitu senyawa OH (asam karboksilat), C-H (alifatik), C=O (keton), dan C=C (aromatik) pada sub bab sebelumnya. Senyawa 3,7-Dihidroksi-3',4'-dimetoksiflavin dapat dilihat pada Gambar 11. Kemudian jika dilihat dari perhitungan pecahan ion pada Tabel 6 molekul  $C_{17}H_{14}O_6$  dengan massa senyawa 314 didapatkan perhitungan sebagai berikut:

Tabel 6. Pecahan Ion Molekul

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

$$H = 1,007825$$

$$C = 12,000000$$

$$O = 15,994915$$

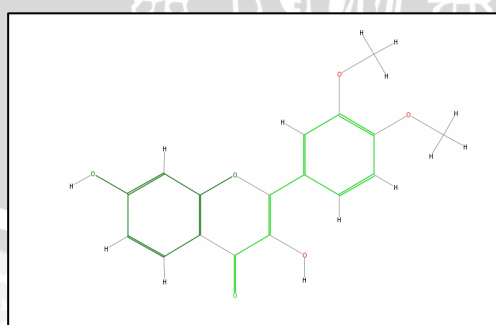
$$\text{Perhitungan} = C_{17}H_{14}O_6$$

$$= 17 \times 12,0 = 204,00000$$

$$= 14 \times 1,007825 = 14,10955$$

$$= 6 \times 15,994915 = 95,96949 +$$

$$= 314,079$$



**Gambar 11. Senyawa 3,7-Dihidroksi-3',4'-dimetoksiflavin (massbank, 2016)**

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



#### 4.2.4 Hasil Uji KLT

Hasil dari pengujian Kromatografi Lapis Tipis dapat dilihat pada Tabel 7 dan Gambar 12.

Tabel 7. Hasil Kromatografi Lapis Tipis

| Sampel                                       | Rf (x100) |
|----------------------------------------------|-----------|
| Ekstrak kasar <i>sargassum cristaefolium</i> | 80        |
| Quercetin                                    | 80        |
| Quercetin (Harborne, 1987)                   | 70        |



Gambar 12. Hasil Kromatografi Lapis Tipis  
Sumber. Lab. Keamanan Hasil Perikanan, 2016

Uji Kromatografi Lapis Tipis (KLT) ini digunakan untuk menguatkan data sehingga dilakukan pengujian kembali dengan metode kualitatif KLT, dengan membandingkan nilai Rf sampel dengan Rf standar senyawa dugaan yaitu adanya flavonoid sehingga quercetin digunakan sebagai standar (Perhitungan nilai Rf dapat dilihat pada (Lampiran 15). Pada hasil uji didapatkan nilai yang sama pada nilai Rf sampel ekstrak kasar *sargassum cristaefolium* dengan Rf quercetin, hal tersebut berarti menunjukkan sampel positif mengandung senyawa flavonoid. Menurut Wagner *et al.*, (2015) senyawa golongan flavonoid akan menunjukkan bercak noda berupa fluoresen hijau dan kuning.

## BAB 5

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Kesimpulan

Hasil deteksi senyawa bioaktif dengan uji SEM, UV-Vis, FTIR, LC-MS dan KLT dengan sampel mikrokapsul Ekstrak Kasar Teh Alga Coklat (*sargassum cristofolium*) dapat disimpulkan sebagai berikut:

- Hasil uji SEM pada sampel pH 3 permukaan terlihat kasar dan retak, hal ini mempunyai keterkaitan dengan hasil uji UV-Vis pada pH 3 yang mendapatkan nilai absorpsi tertinggi yaitu 1,3594. Hal tersebut diduga kapsul yang menyalut terjadi keretakan sehingga senyawa pada mikrokapsul keluar dari penyalut.
- Hasil uji FTIR dapat diketahui keberadaan gugus hidroksil sehingga didapatkan gugus-gugus yang teridentifikasi antara lain O-H, C-H, C=O, dan C=C. Sedangkan pada LC-MS diduga mengandung senyawa flavonoid senyawa turunan dari *quercetin* yaitu 3,7-Dihidroksi-3',4'-dimektosiflavon ( $C_{17}H_{14}O_6$ ) dengan *exactmass* 314,07904.
- Dan pada uji KLT didapatkan nilai yang sama pada nilai  $R_f$  sampel ekstrak kasar *sargassum cristofolium* dengan  $R_f$  quersetin, hal tersebut berarti menunjukkan sampel positif mengandung senyawa flavonoid.

#### 5.2 Saran

Hasil penelitian ini, dapat disarankan bahwa perlu adanya penelitian pendugaan lebih lanjut untuk mengetahui kandungan total flavonoid dengan mengidentifikasi secara NMR sehingga diketahui struktur secara mutlak.



## DAFTAR PUSTAKA

- A. T. Septiana., dan A. Asnani. 2012. **Kajian Sifat Fisikokimia Ekstrak Rumput Laut Coklat *Sargassum duplicatum* Menggunakan Berbagai Pelarut dan Metode Ekstraksi.** *Agrointek*. 6: 22-28.
- Ambika, S., and K. Sujatha. 2015. **Green improved processes to extract bioactive phenolic compounds from brown macroalgae using *Sargassum muticum* as model.** *Academic J*. 10: 232-235.
- Anaelle, T., E. S. Leon, 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.
- Anam, Choirul. Sirojudin dkk. April 2007. Analisis Gugus Fungsi Pada Sampel Uji, **Bensin Dan Spiritus Menggunakan Metode Spektroskopi FT-IR.** *Berkala Fisika*. Vol 10 no.1. 79 – 85.
- Anam, K., E. Fachriyah. Dan D. Kusrini. 2001. **Uji Efektifitas Senyawa Fenolat dari Berbagai Rumput Laut Sebagai Tabir Surya.** Universitas Diponegoro. Semarang.
- Barbosa-Canovas, G.V., Ortega-Rivas, E, Juliano, P., Yan, H 2005. **Food powders physical properties, processing, and fungctionality.** Kluwer Academic/Plenum Publishers. New York.
- Barbosa, M.I.M.J., Borsarelli, C.D., and Mercadante, A.Z., 2005. **Light Stability of SprayDried Bixin Encapsulated With Different Edible Polysaccharide Preparations.** *Food Research International* 38 (2005) 989–994.
- Cuppett, S., M. Schrepf and C. Hall III. (1954). **Natural Antioxidant – Are They Reality.** Dalam Foreidoon Shahidi: *Natural Antioxidants, Chemistry, Health Effect and Applications*, AOCS Press, Champaign, Illinois: 12-24.
- Daniel. 2009. **Pembuatan dan Karakterisasi Membrane Kitosan yang Berasal dari Kulit Udang Sungai Mahakam.** *Journal of Mulawarman Scientifie*. 8(1): 1412-1298 ISSN
- Desai, Arpan S., V. M Chauhan., A.P.R Johnston., T. Esler., J.W. Aylott. 2014. **Flourescent Nanosensors For Intraceluler Measurements, Synthesis, Characterization, Calobration, and Measurement.** University of Melbourne. Australia.



- Devi, K. N., T. T. A. Kumar, K. V. Dhaneesh, T. Marudhupandi and T. Balasubramanian. 2012. **Evaluation of Antibacterial and Antioxidant Properties from Brown Seaweed, *Sargassum wightii* (Greville, 1848) Against Human Bacterial Pathogens.** *Academic Sci.* 4: 143-149.
- Ezhilarasi, P.N., Karthik, P., Chhanwal, N., dan Anandharamakhishnan, C. 2012. **Nanoencapsulation Techniques for Food Bioactive Components** : A Review. *J Food Bioprocess Technol. Food and Bioprocess Technology* Volume 6, Issue 3, pp 628-647.
- Fernandes, R. V. B., S. V. Borges and D. A. Botrel. 2014. **Gum arabic/starch/maltodextrin/inulin as wall materials on the microencapsulation of rosemary essential oil.** *Carbohydrate Polymers.*
- Firdhayani, I. R. 2010. **Solusi Sehat Bagi Penderita Kanker dan Diabetes. Program Kreativitas Mahasiswa.** FPIK. Universitas Airlangga. Surabaya
- Food and Agriculture Organization (FAO). **Vegetable Carbon.** 101: 524-532. <http://www.fao.org/ag/agn/jecfaadditive/specs/Monograph1/Additive-486.pdf>. 04 Juni 2016.
- Gad, S. C. 2008. **Preclinical Development Handbook: ADME and Biopharmaceutical Properties.** Wiley-Interscience: Canada.
- Gharsallaoui, A., Roudaut, G., Chambin, O., Voille, A. Dan Saurel, R. 2007. Review: **Applications of spray drying in microencapsulation of food ingredients:** an overview *Food Research International* 40: 1107-1121.
- Harborne, J. B. 1987. Metode Fitokimia , terjemahan K. Radmawinata dan I. Soediro, penerbit ITB, Bandung, 69-94, 142-158, 234-238. 11.
- Kusumawati, R dan Murdinah. 2012. **Potensi pemanfaatan rumput laut: biodiversitas di pantai Binuangun. Prosiding Seminar Nasional Inovasi Teknologi.** Balai Besar Litbang Pengolahan Produk dan Bioteknologi Kelautan dan Perikanan, Jakarta.
- Hardjito, L., dan E. Salamah, 2006. **Uji Formalin Sederhana.** <http://www.ui.ac.id>
- Houghton PJ, Raman A. 1998. **Laboratory Handbook for the Fractionation of Natural Extracts.** First edition. Published by Chapman and Hall, London.
- Istiyani, K. 2008. **Mikroenkapsulasi.** UGM-Press. Yogyakarta.
- Jhamandas, JH, Wie MB, Harris K, Mac Tavish, and Kar S. 2005. **Fucoidan inhibits cellular and neurotoxic effects of beta amyloid (A beta) in rat cholinergic basal forebrain neuron.** *Eur J Neurosci.* 21 (10) : 2649 – 2659. Yunizal, 2003.

- Junghanns, J.U.A.H dan R.H. Muller. (2008). **Nanocrystal Technology, Drug Delivery and Clinical Applications**. Int. J. Nanomedicine 3(3): 295-300.
- Kadi, A. 2008. **Makroalgae di Paparan Terumbu Karang Kepulauan Anambas**. Jurnal Natur Indonesia. 12(1): 49.
- Karsa, D.R. and Stephenson, R.A. (Eds.) **Encapsulation and controlled release**. The Royal Society of Chemistry, Cambridge, 148-162.
- Kanakdande, D., R. Bhosale, and R.S. Singhal. 2007. **Stability of cumin oleoresin microencapsulated in different combination of gum arab, maltodextrin and modified starch**. Carbohydrate Polymers 67(9): 536-541.
- Khopkar, S.M. 2003. **Konsep Dasar Kimia Analitik**. Universitas Indonesia. Jakarta.
- Lestari, F. Haryani, Maulina dan Haqoiroh, 2002. **Mengenal lebih dekat alat pengering "Freeze Dryer"**.
- Lim SN, PC Cheung, VE Ooi, and PO Ang. 2002. **Evaluation of antioxidative activity of extracts from a brown seaweed, Sargassum siliquastrum**. J Agric Food Chem. 50 (13): 3862-3866.
- Lisdawati V dan Broto. 2006. **Aktivitas Antioksidan Dari Berbagai Fraksi Ekstrak Daging Buah Dan Kulit Biji Mahkota Dewa (Phaleria Macrocarpa)**. Artikel Media Litbang Kesehatan 16 (4). Mardawati, F.
- Matanjun P, S. Mohamed, Mustapha NM, Muhammad K, and Ming CH. 2008. **Antioxidant activities and phenolics content of eight species of seaweed from north Borneo**. J. Appl Phycol. 20:367-373.
- Marsita. 2008. **Interaksi Perumah-Tetamu Antara Beta-Siklodekstrin dengan Laktosa dan Katecin: Permodelan Molekul dan Kajian Eksperimen**. Tesis. Universiti Sains Malaysia.
- Masters, K. 1979. **Spray drying handbook**. John Wiley and Sons Co. New York. p. 687.
- Masduqi, A. F., M. Izzati dan E. Prihastanti. 2014. **Efek Metode Pengeringan Terhadap Kandungan Bahan Kimia Dalam Rumput Laut Sargassumpolycystum**. Buletin Anatomi Fisiologi. 22: 1-9.
- Maslarova, N.V. Yanishlieva. (2001). Inhibiting oxidation dalam Jan Pokorny, Nedyalka Yanislieva dan Michael Gordon: **Antioxidants in food, Practical applications**. Woodhead Publishing Limited, Cambridge: 22-7.



- Miyazaki, M. 2001. **Important Aphids Vector on Fruit Tree Virus Diseases in Tropical Asia**. Food and Fertilizer Technology Center. Taiwan.
- Molina *et al.* (2011) . Molina JR, Yang P, Cassivi SD, et al. **Non- Small Cell Lung Cancer**: Epidemiology, Risk Factors, Treatment, and Survivorship. Mayo Clin Proc. 2008 may; 83 (5): 584- 94.
- Montano, N.E. and Tupas, L.M. 1990. **Plant Growth Hormonal Activities of Aqueous Extracts from Philipinies Seaweeds**. SICEN Leaflet 2. Marine Science Institute, University of Philipinies.
- Mortazavian, A., Razavi, S.H., Ehsani, M.R. and Sohrabvandi, S., 2007. **Principle and methods of microencapsulation of probiotic microorganism**. Iranian J. Biotechnol., Vol. 5, p.1-18.
- Muzzarelli, R.A.A. 1996. **Chitosan – Based Dietary Foods**. Carbohydrate Polymers, 29 : 309 – 316.
- Novaczek I dan Athy A. 2001. **Sea Vegetable Recipes For The Pasific Islands**. FijilIslands : Community Fisheries Training Pacific Series-3B.
- Prabowo, A.Y, T. Estiasih, I. Purwatiningrum. 2014. Umbi gembili (*Dioscorea esculenta* L.) **Sebagai Bahan Pangan Mengandung Senyawa Bioaktif**: kajian pustaka. Jurnal Pangan dan Agroindustri 2 (3):129-135.
- Putri, K.H. 2011. **Pemanfaatan Rumput Laut Coklat (*Sargassum* sp.) sebagai Serbuk Minuman Pelangsing Tubuh**. Skripsi. Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan IPB. Bogor.
- Rajalakshmi, D dan S. Narasimhan. (1985). Food Antioxidants: **Sources and Methods of Evaluation** dalam D.L. Madhavi: Food Antioxidant, Technological, Toxilogical and Health Perspectives. Marcel Dekker Inc., Hongkong: 76-77.
- Respati, S. M. B. 2008. **Macam-macam Mikroskop dan Cara Penggunaan**. Jurnal Momentum 4 (2): 42-44.
- Rini, A.K., D. Ishatrini., dan Basito. 2012. **Pengaruh Kombinasi Bahan Pestabil CMC dan Gum Arab Terhadap Mutu Velve Wortel (*Daucus carota* L.) Varietas Selo dan Varietas Tawangmangu**. Jurnal Teknosains Pnagan 1(1). ISSN: 2302-0733.
- Roswien AP, Bintang M, Kustaman E, Ambarsari L, Safithri M, Hawab M. 2006. **Biokimia Umum Jilid 1**. Bogor: FMIPA-IPB.
- Samee H, Li ZX, Lin H, Khalid J, and Guo, YC. 2009. **Antiallergic effects of ethanol extracts from brown seaweeds**. Journal of Zhejiang University Science B. 10(2):147-153.

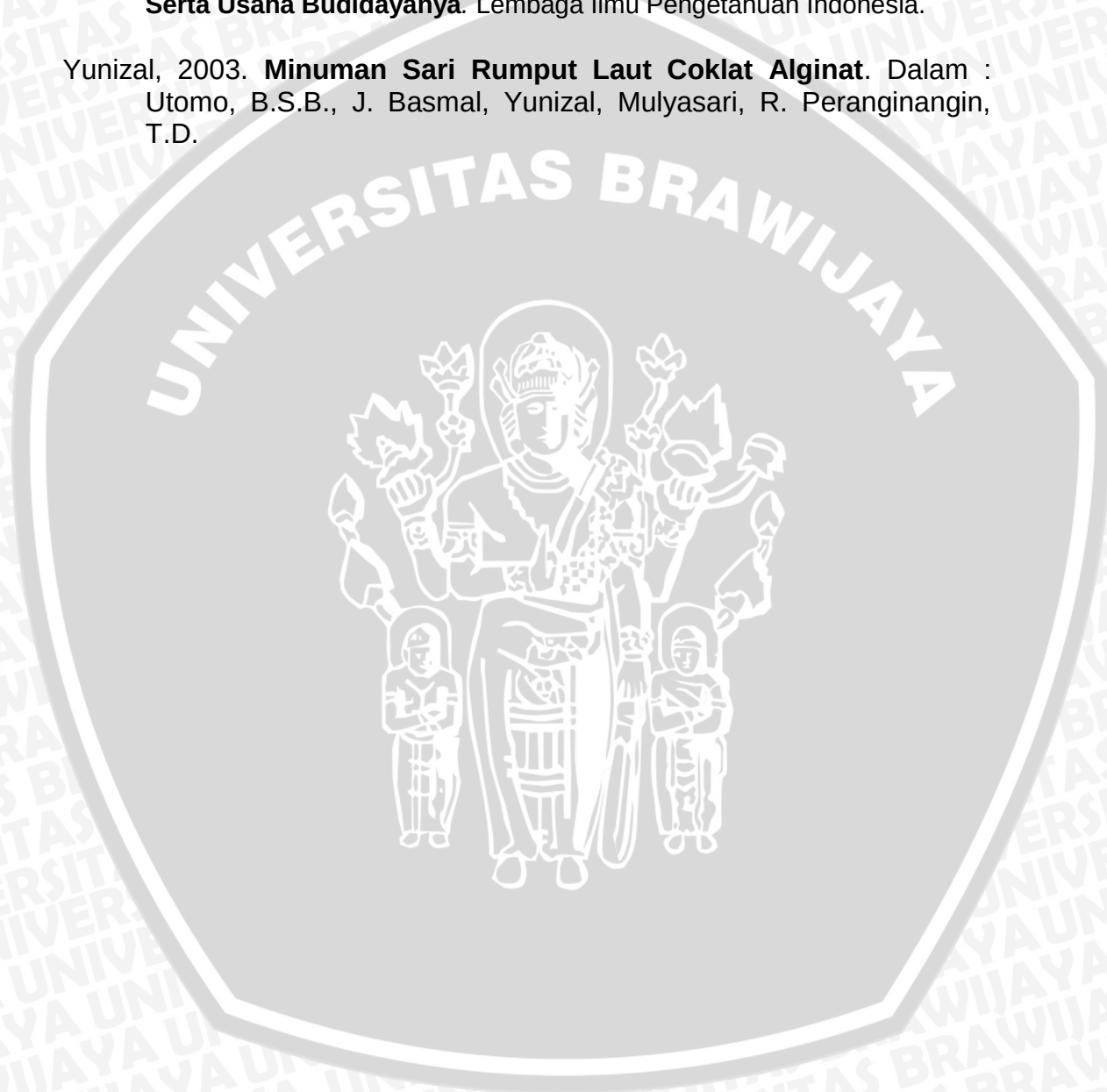


- Sankari, G., E. Kriahnamoorthy, S. Jayakumaran, S. Gunasekaran, V.V. Priya, S. Subramaniam, S. Subramaniam, and S.K. Mohan. 2010. **Analysis of serum immunoglobulins using fourier transform infrared spectral measurements**. Biol. Med. 2(3):42-48.
- Skoog, D.A. dan West, D.M. 1971. **Principles of Instrumental Analysis**. Holt
- Stephen, A. M. and S. C. Churms. 1995. **Food Polysaccharides and Their Applications**. Marcell Dekker, Inc, New York
- Stephenson, R.A. dan Karsa, D.R., 2000. **Excipients and Delivery System in Skins, Pharmaceutical Formulation**. 35-37, Anthony Rowe Ltd., Chippenham, UK.
- Sugita. 2009. **Kitosan: Sumber Biomaterial Masa Depan**. IPB Press, Bogor.
- Supirman., H. Kartikaningsih dan K. Zaelanie. 2013. **Pengaruh Perbedaan pH Perendaman Asam Jeruk Nipis (*Citrus auratifolia*) dengan Pengeringan Sinar Matahari terhadap Kualitas Kimia 'Teh' Alga Coklat (*Sargassum fillipendula*)**. THP Student Journal. 1 (1): 46-52.
- Supriyadi dan Rujita, A.S. (2013). **Karakteristik Mikrokapsul Minyak Atsiri Lengkuas dengan Maltodekstrin sebagai Enkapsulan**. J. Teknol. dan Industri Pangan 24(2) : 201-208.
- Suryaningrum Murdinah, dan S, Koeshendradjana. 2003. **Teknologi Pemanfaatan Rumput Laut**. Jakarta: Pusat Riset Pengolahan Produk dan Sosial Ekonomi Kelautan dan Perikanan. Jakarta.
- Tonon, R, V., C. R. F. Grosso, M. D. Hubinger. 2011. **Influence of emulsion composition and inlet air temperature on the microencapsulation of flaxseed oil by spraying**. Food Research International 44: 282-289.
- Wandrey, C. et al., 2010. **Materials For Encapsulation**. In Zuidam, N.J and V. A. Nedovic (eds.). Encapsulation technology for active food ingredients and food processing.
- World Register of Marine Species. 2015. <http://www.marinespecies.org/aphia.php?p=taxdetails&id=211933>. Diakses pada tanggal 20 Maret 2016.
- Wu W, W.S. Roe, V.G. Gimino, V. Seriburi, D.E. Martin and S.E. Knapp. 2000. **Low melt encapsulation with high laurate canola oil**. US. Patent 6 153 326.

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

Yulianto, K. 2010. **Sistem Reproduksi Alginat: Percobaan Produksi Alginat Berbagai Grade pada Skala Semi Pilot denga Teknologi Meshsize Filtration dan Potensi Bahan Baku *Sargassum duplicatum* C. Agardh Serta Usaha Budidayanya**. Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia.

Yunizal, 2003. **Minuman Sari Rumput Laut Coklat Alginat**. Dalam : Utomo, B.S.B., J. Basmal, Yunizal, Mulyasari, R. Peranginangin, T.D.





## LAMPIRAN

Lampiran 1. Foto Persiapan Bahan dalam Pembuatan Ekstrak Kasar *Sargassum cristaefolium*

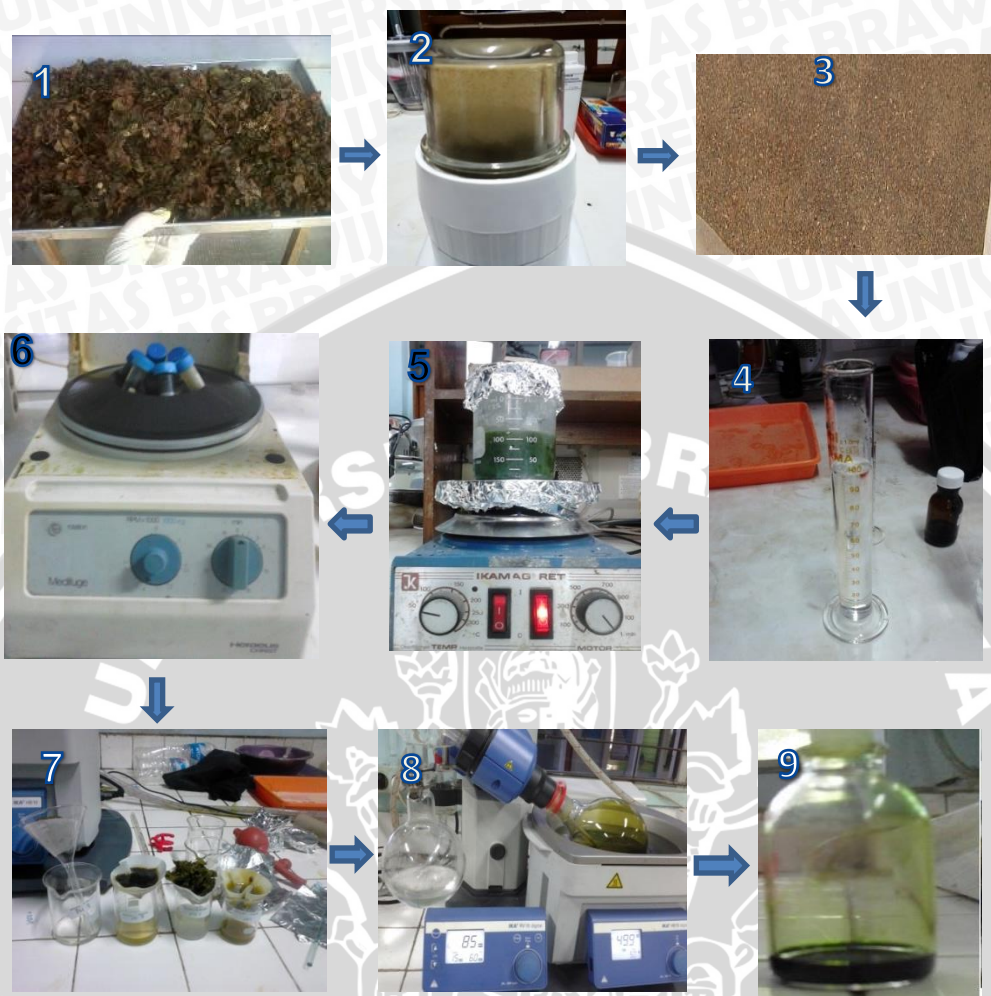


### Keterangan:

1. *Sargassum cristaefolium*
2. Pencucian *S. Cistaefolium*
3. Pemisahan daun
4. Daun dan batang terpisah
5. Pembuatan laurutan kapur
6. Perendaman dengan kapur
7. Perendaman dengan air
8. *Sargassum cristaefolium* di tiriskan
9. Penjemuran dengan sinar matahari
10. Di oven dengan suhu 40<sup>0</sup> celcius
11. Didapatkan sampel rumput laut kering



## Lampiran 2. Foto Pembuatan Ekstrak Kasar *Sargassum cristaefolium*



### Keterangan:

1. Rumput laut kering
2. Di blender sampai halus
3. Serbuk rumput laut setelah diayak menggunakan ayakan 60 mest
4. Penambahan etanol PA pada sampel
5. Di homogenkan dengan magnetic stirrer
6. Di sentrifuse selama 15 menit
7. Di saring dengan kertas whatman 1
8. Di evaporasi
9. Di dapatkan ekstrak kasar sargassum cristaefolium

**Lampiran 3. Foto Prosedur Enkapsulasi Ekstrak Kasar *Sargassum cristaefolium***

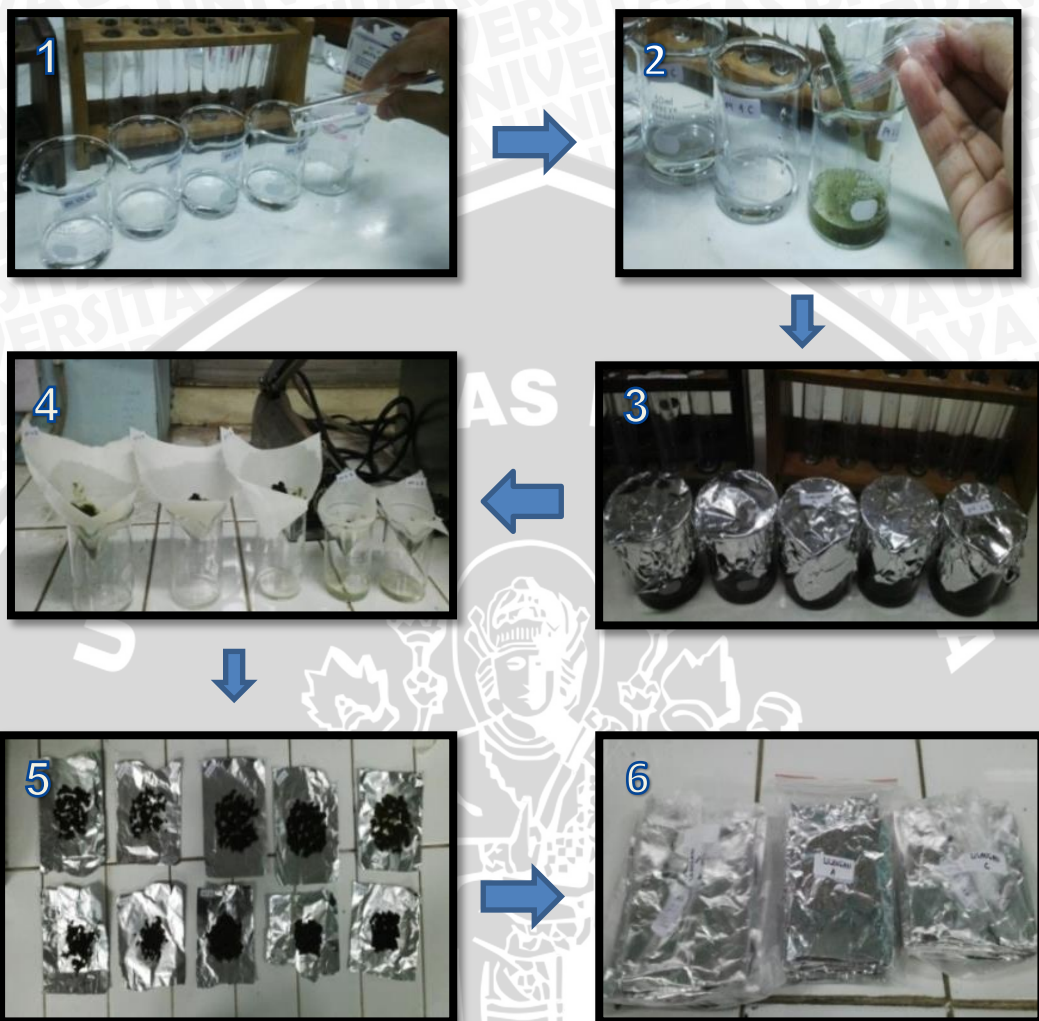


**Keterangan:**

1. Di timbang kitosan dan gum arab 5 gram
2. Kitosan di campur dengan etanol PA kemudian dihomogenkan dan di campur dengan gum arab (didapatkan penyalut)
3. Dijenuhkan selama satu malam
4. Pencampuran penyalut dan ekstrak kasar
5. Di freeze dryer



#### Lampiran 4. Foto Prosedur Perlakuan pH



#### Keterangan:

1. Disiapkan larutan pH
2. Dimasukkan sampel ke dalam larutan
3. Direndam selama  $\pm 1$  jam
4. Disaring dengan kertas saring
5. Dikeringkan dengan suhu ruang
6. Hasil

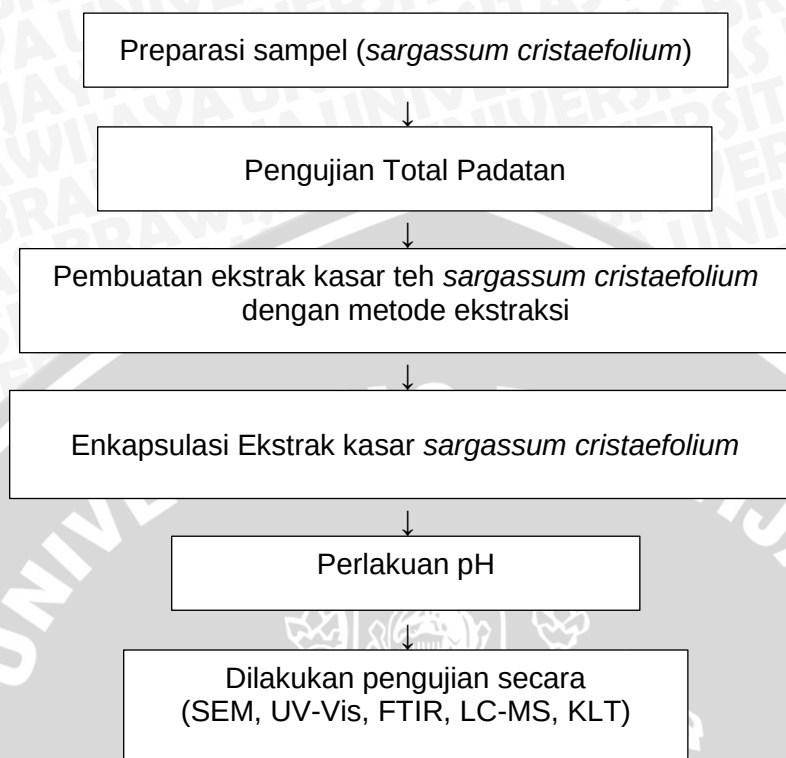
Lampiran 5. Foto Pengujian Total Padatan



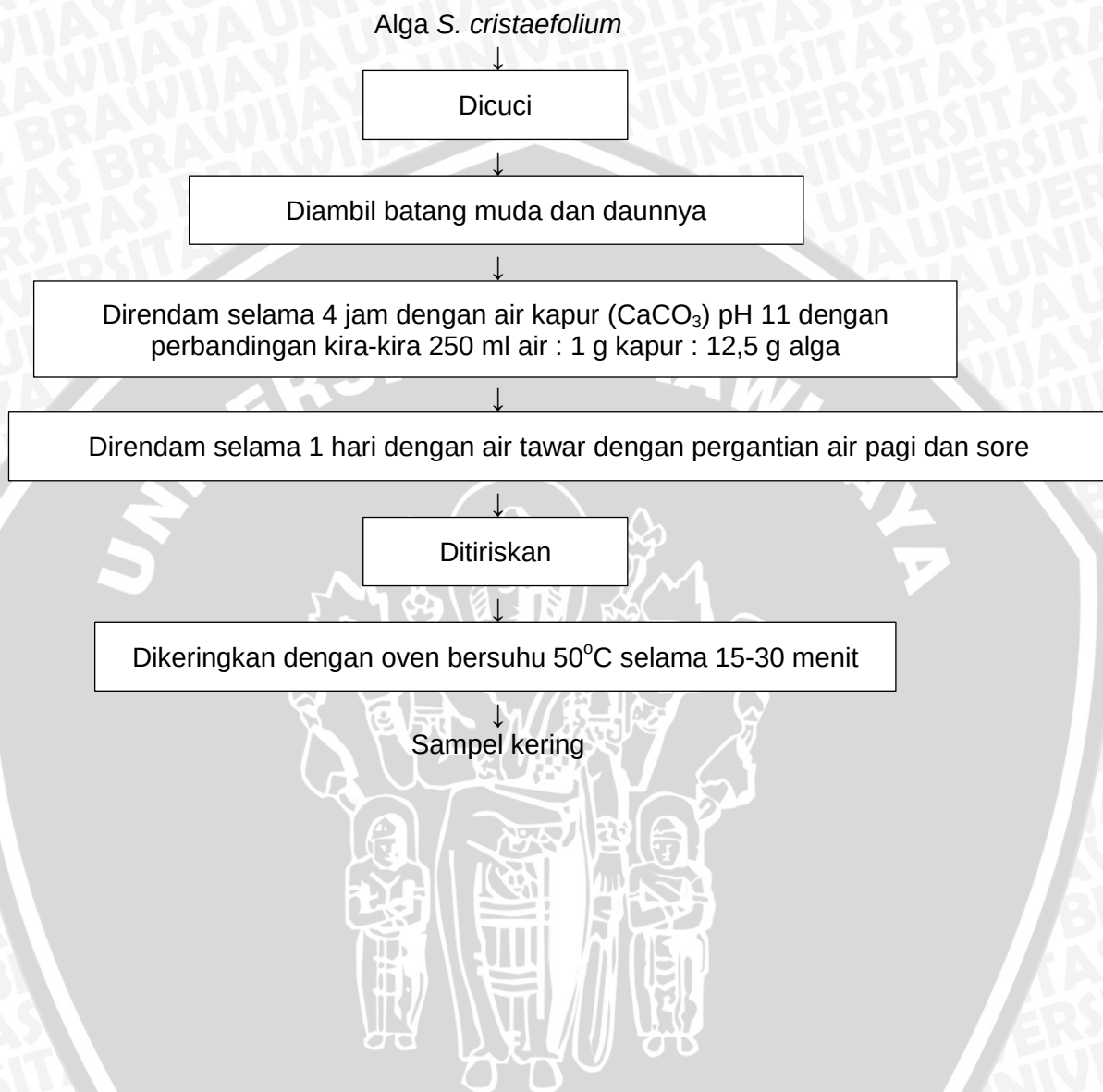
**Keterangan:**

1. Ekstrak pekat *sargassum cristaefolium*
2. Diambil menggunakan pipet kapiler
3. Dimasukkan kedalam toples berisi etanol, dan ditunggu hingga warna muncul
4. Diamatin dan di ukur dengan penggaris



**Lampiran 6. Prosedur Penelitian Secara Umum**

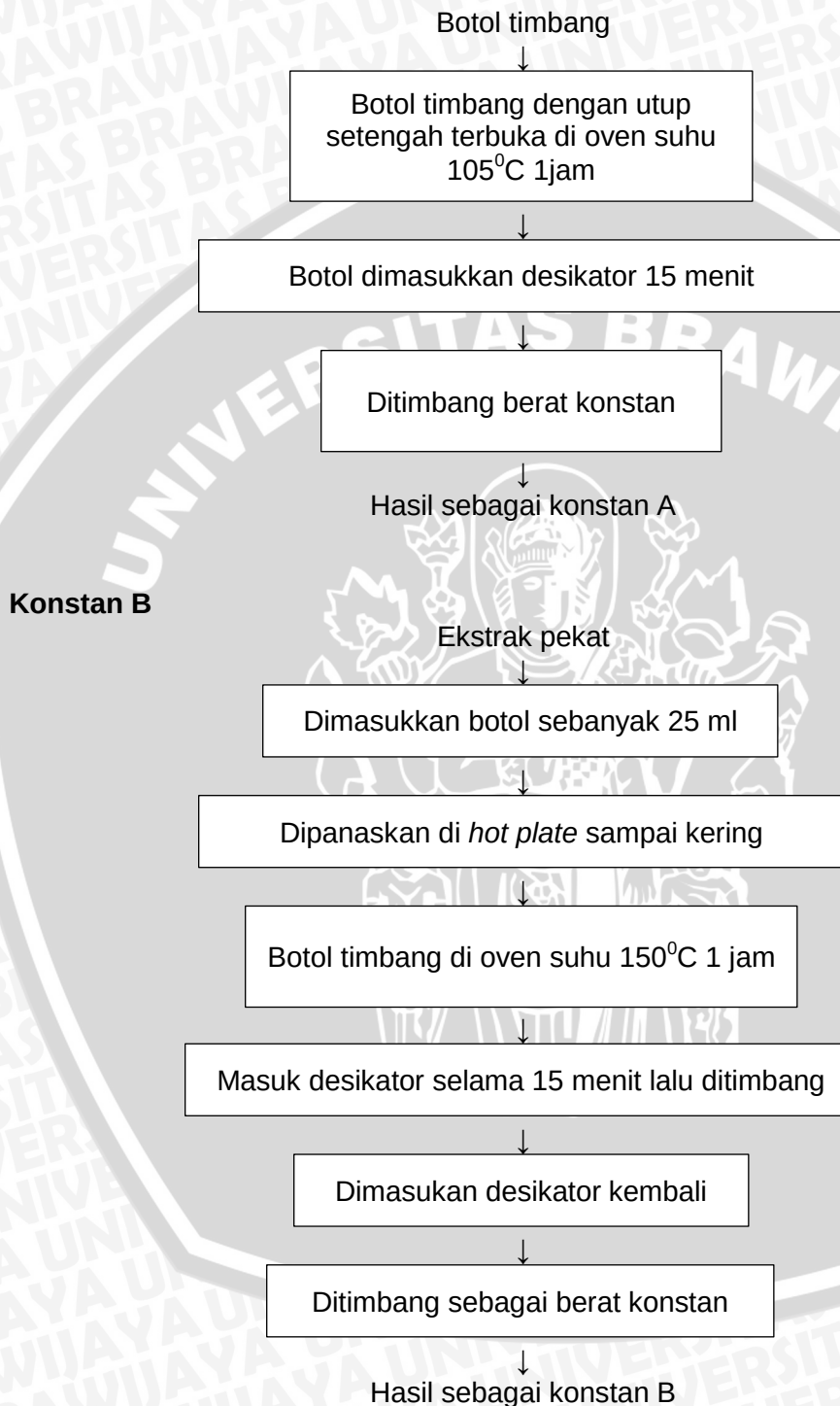
**Lampiran 7. Prosedur Pengeringan Sampel (Metode Yuan et al., 2015 dan Masduqi et al., 2014 yang telah dimodifikasi)**



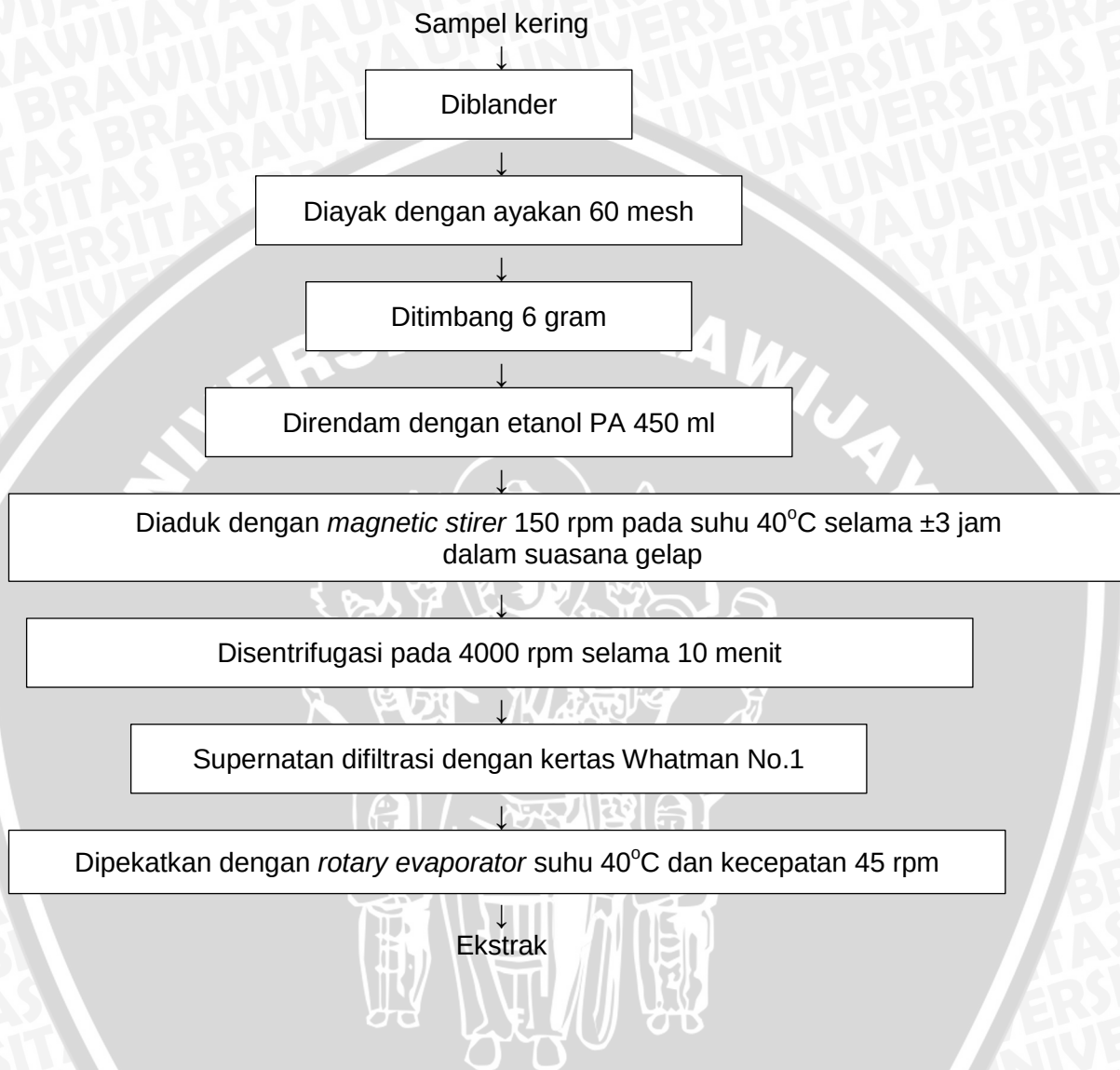


**Lampiran 8. Prosedur Uji Total Padatan Terlarut (SNI 06-6989.26, 2005 yang telah dimodifikasi)**

**- Konstant A**

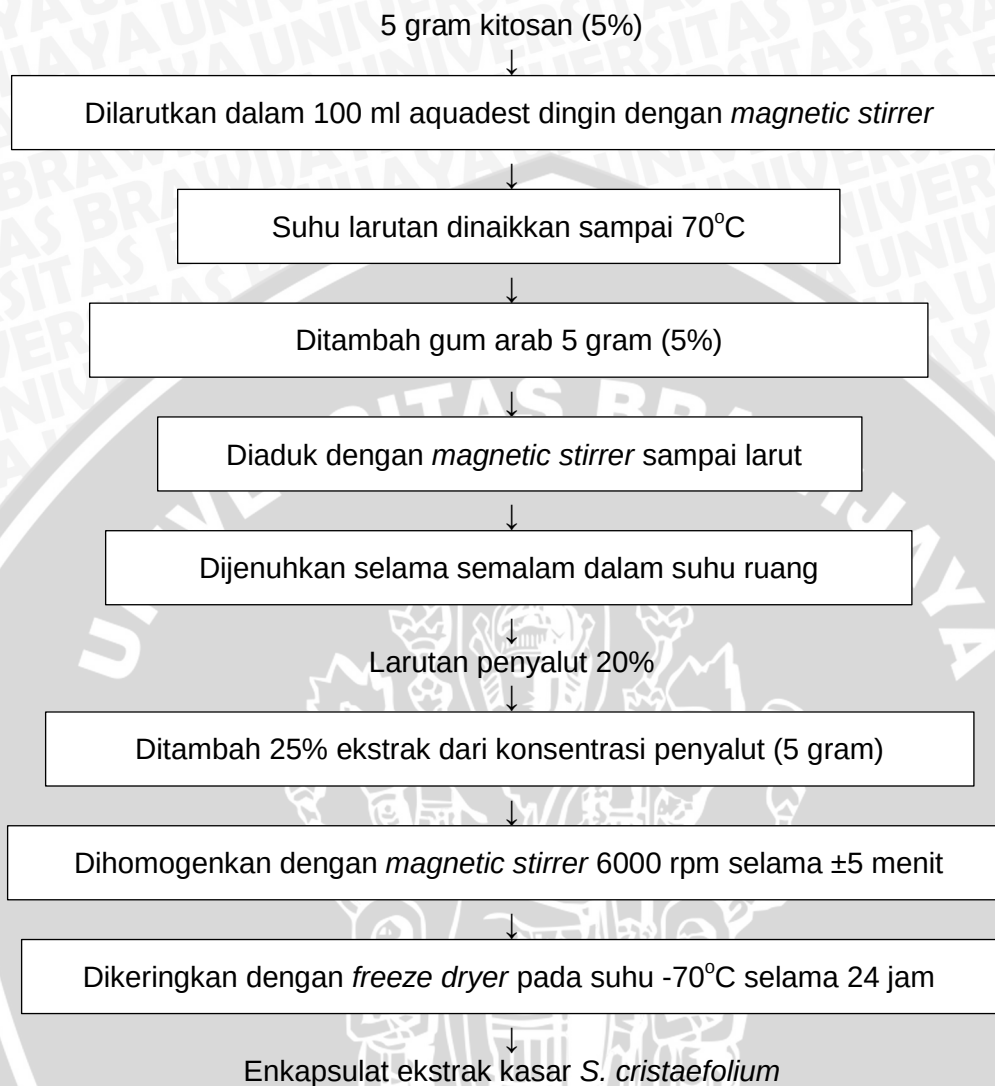


Lampiran 9. Prosedur Ekstraksi (Metode Anaelle et al., 2013; Ambika dan Sujatha, 2015; Septiana dan Asnani, 2012; serta Devi et al., 2012 yang telah dimodifikasi)





**Lampiran 10. Prosedur Mikroenkapsulasi (Metode Fernandez et al., 2014; Laokuldilok et al., 2016; dan Saikia et al., 201 yang telah dimodifikasi)**



**Lampiran 11. Prosedur Perlakuan pH (Gad, 2008 dan Desal et al., 2008 yang telah dimodifikasi)**

**- Stok Dinatrium Fosfat**

Dinatrium Fosfat 0,2 M

2,84 g dinatrium fosfat dilarutakn dengan aquades 200 ml

Dihomogenkan

Stok dinatrium fosfat

**- Stok Asam Sitrat Monohidrat**

Asam sitrat 0,1 M

2,10 g asam sitrat monohidrat dilarutkan dengan aquades 100 ml

Dihomogenkan

Stok Asam Sitrat Monohidrat

**- Larutan Buffer pH 3**

4,8 ml  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  0,2 M

Ditambah 15,92 ml asam sitrat 0,1 M

Larutan buffer volume akhir 20

Larutan buffer pH 3



- **Larutan Buffer pH 6**

12,84 ml  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  0,2 M



Ditambah 1,16 ml asam sitrat 0,1 M



Larutan buffer volume akhir 20



Larutan buffer pH 6

- **Larutan Buffer pH 8**

19,54 ml  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  0,2 M



Ditambah 0,47 ml asam sitrat 0,1 M



Larutan buffer volume akhir 20



Larutan buffer pH 8

- **PERLAKUAN pH**

20 ml larutan buffer



Ditambah 1 gram sampel



Dihomogenkan



Direndam selama 5 jam



Disaring dengan kertas saring Whatman no. 1

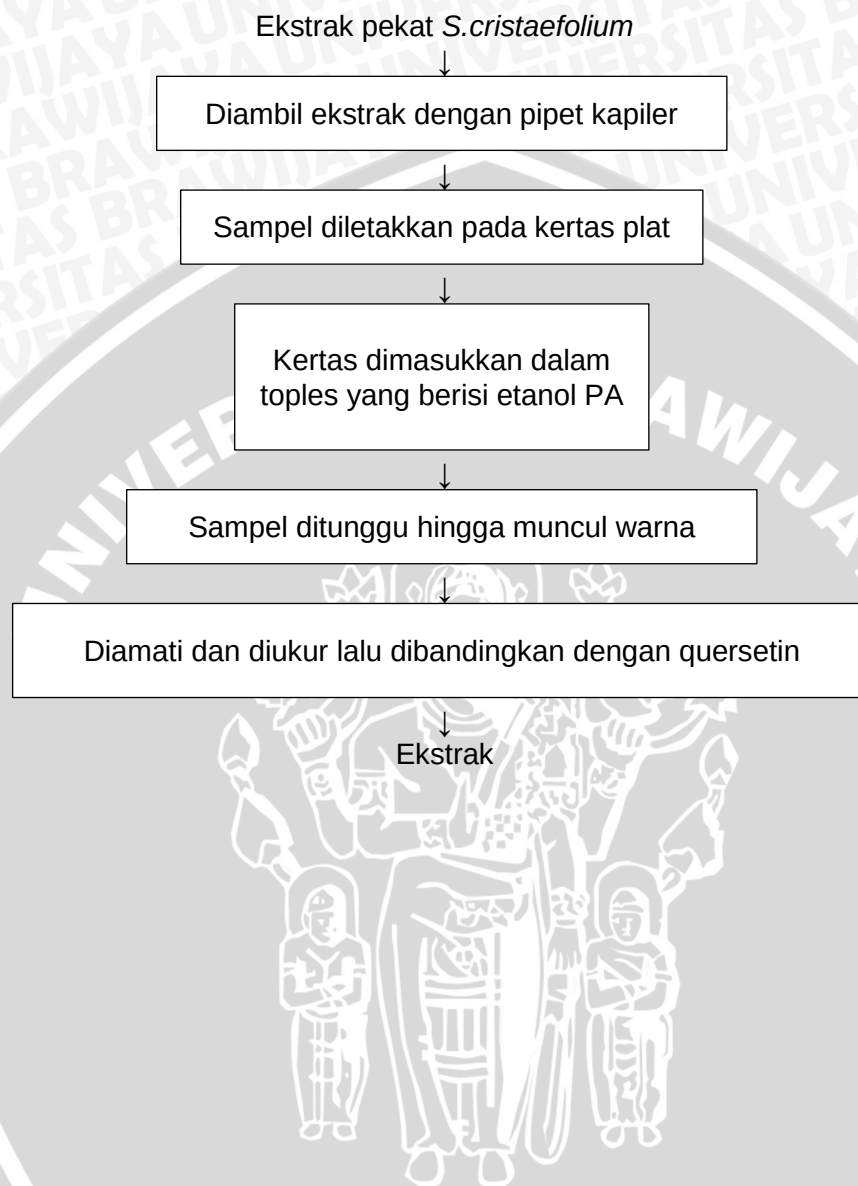


Residu dikeringkan



Hasil

**Lampiran 12. Prosedur Uji Kromatografi Lapis Tipis (Kualitatif) (Maobe et al., 2012)**



### Lampiran 13. Perhitungan Total Padatan

Total padatan

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

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

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

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

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





#### Lampiran 14. Perhitungan Stok untuk Larutan Buffer

Kebutuhan dinatrium fosfat ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ) 0,2 M untuk larutan 100 ml

$$M = \frac{\text{massa Na}_2\text{HPO}_4}{M_r} \times \frac{1000}{p}$$

$$0,2 \text{ M} = \frac{\text{massa Na}_2\text{HPO}_4}{141,96} \times \frac{1000}{100}$$

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

Kebutuhan asam sitrat monohidrat ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) 0,1 M untuk larutan 100 ml

$$M = \frac{\text{massa C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}}{M_r} \times \frac{1000}{p}$$

$$0,1 \text{ M} = \frac{\text{massa x C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}}{210,14} \times \frac{1000}{100}$$

$$\text{Massa C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O} = 2,10 \text{ g}$$

**Larutan 15. Perhitungan Nilai RF**

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

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

$$= 0,8$$

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

$$= 0,8$$

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



## Lampiran 16. Pengujian Panjang Gelombang Maksimum Kuersetin

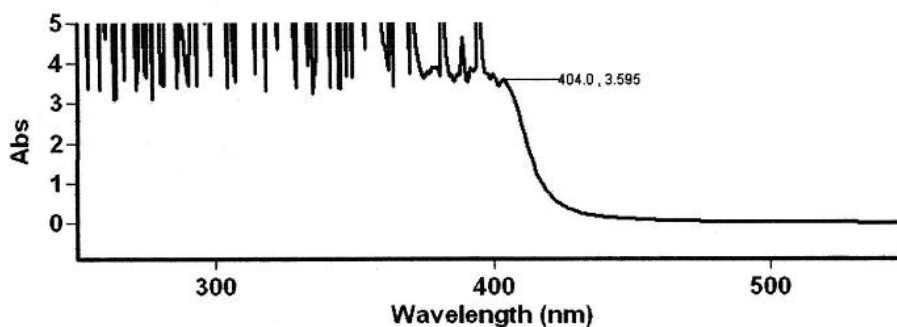
5/18/2016

Laboratorium Kimia – Fakultas Saintek

Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang

### Lamda Maks Quercetin 100 ppm

Tanggal Analisa : 18 Mei 2016



### Scan Analysis Report

Report Time : Wed 18 May 08:14:46 AM 2016

Method:

Batch: D:\Layanan Analisa\UB\Fitria Tahta A\Lamda Maks Quercetin 100 ppm (18-05-2016).DSW

Software version: 3.00(339)

Operator: Rika

#### Sample Name: Quercetin

Collection Time

5/18/2016 8:15:51 AM

Peak Table

Peak Style

Peak Threshold

Range

Peaks

0.0100

800.0nm to 200.1nm

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

| Wavelength (nm) | Abs   |
|-----------------|-------|
| 211.1           | 3.769 |
| 208.1           | 4.126 |
| 204.0           | 3.862 |



## Lampiran 17. Hasil Spektrofotometri UV-Vis

60

5/18/2016

**Laboratorium Kimia – Fakultas Saintek**

**Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang**

### Absorbansi Sampel Ekstrak Sargasum

Tanggal Analisa : 18 Mei 2016

#### Advanced Reads Report

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

#### Instrument Settings

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

Comments:

#### Zero Report

| Read | Abs      | nm    |
|------|----------|-------|
| Zero | (0.1193) | 404.0 |

#### Analysis

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

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

## Lampiran 18. Kurva Standart

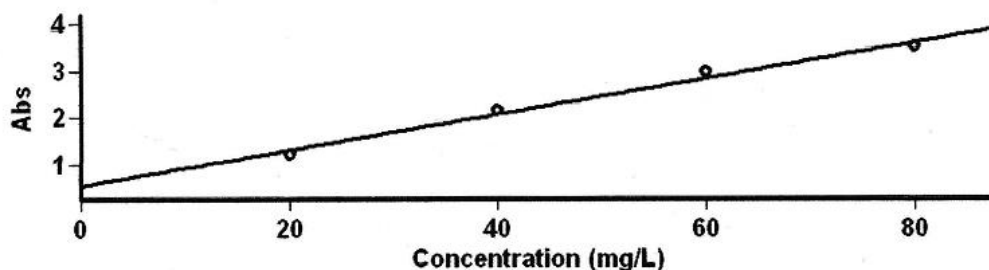
5/18/2016

Laboratorium Kimia – Fakultas Saintek

Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang

### Kurva Standar Quercetin

Tanggal Analisa : 18 Mei 2016



### Concentration Analysis Report

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

#### Instrument Settings

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

Comments:

#### Zero Report

| Read | Abs      | nm    |
|------|----------|-------|
| Zero | (0.1124) | 404.0 |

#### Calibration

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

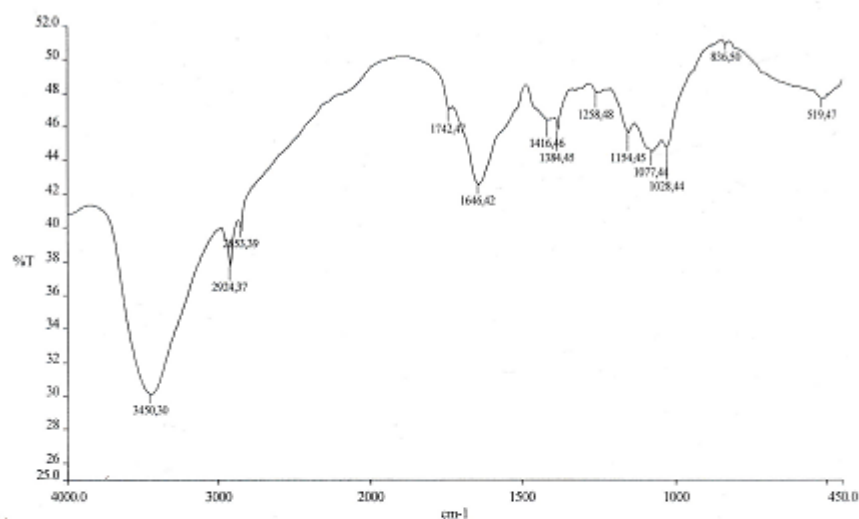
| Standard | Concentration mg/L | F      | Mean   | SD   | %RSD   | Readings |
|----------|--------------------|--------|--------|------|--------|----------|
| Std 1    | 20.0               | 1.2144 | 0.0029 | 0.24 | 1.2111 | 1.2154   |
|          |                    |        |        |      |        | 1.2166   |
|          |                    |        |        |      |        |          |
| Std 2    | 40.0               | 2.1334 | 0.0096 | 0.45 | 2.1439 | 2.1311   |
|          |                    |        |        |      |        | 2.1252   |
|          |                    |        |        |      |        |          |
| Std 3    | 60.0               | 2.9517 | 0.0265 | 0.90 | 2.9277 | 2.9801   |
|          |                    |        |        |      |        | 2.9472   |
|          |                    |        |        |      |        |          |
| Std 4    | 80.0               | 3.4824 | 0.0427 | 1.23 | 3.4876 | 3.5223   |
|          |                    |        |        |      |        | 3.4373   |
|          |                    |        |        |      |        |          |

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

#### Results Flags Legend

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

# Lampiran 19. Hasil FTIR



Gum Kitosan pH3.pk

Gum Kitosan pH3.001 3551 4000 450 30 51 4 %T 1 0

REF 4000 40 2000 49 600

3450 30 2924 37 2853 39 1742 47 1646 42

1416 46 1384 45 1258 48 1154 45 1077 44

1028 44 836 50 519 47

END 13 PEAK(S) FOUND



## Lampiran 20. Hasil LC-MS

Mhs UB Fitria Gum Kitosan

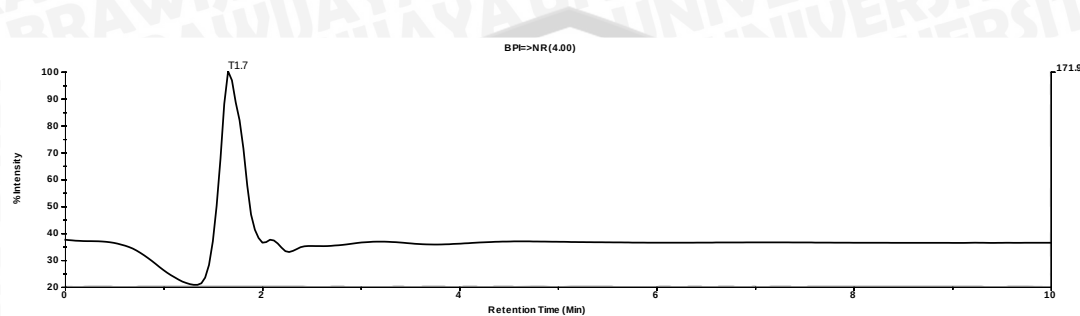
LC MS –ESI pos ion

Vol injection 2ul

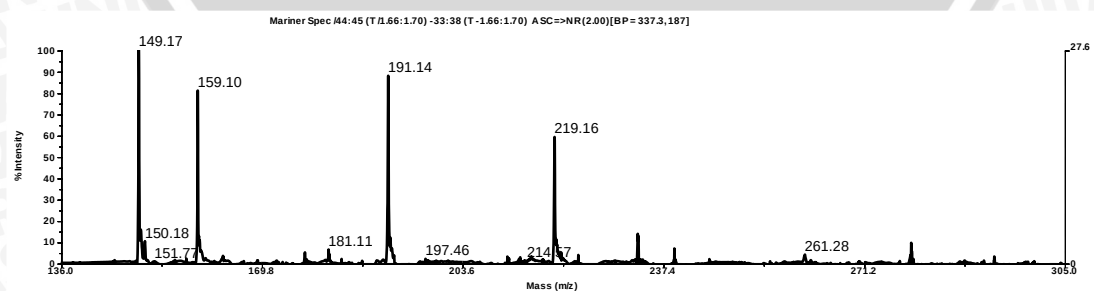
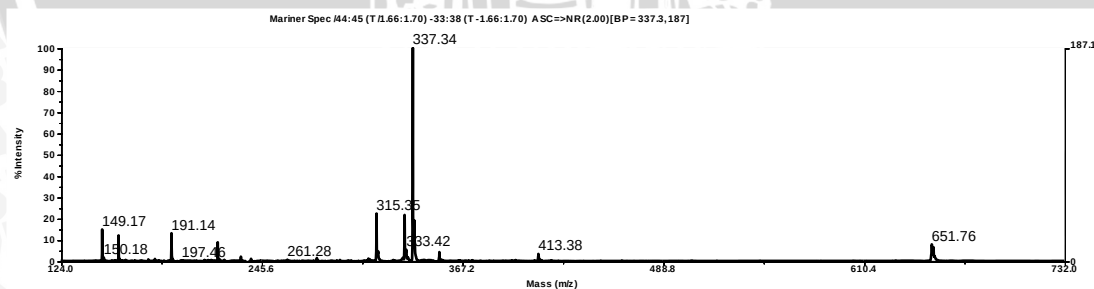
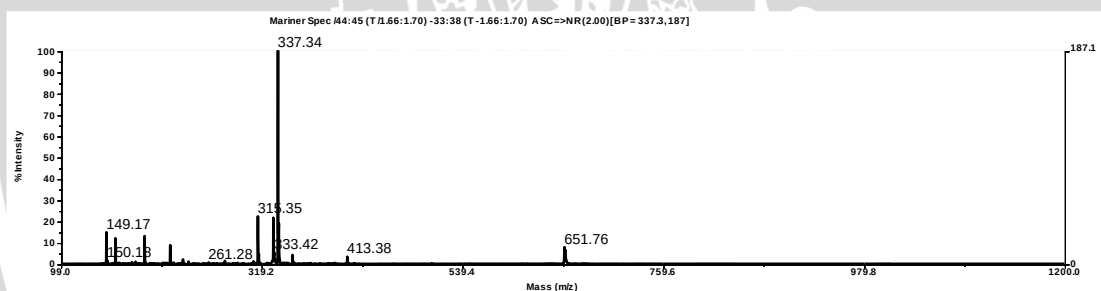
Flow 0.1 ml/min

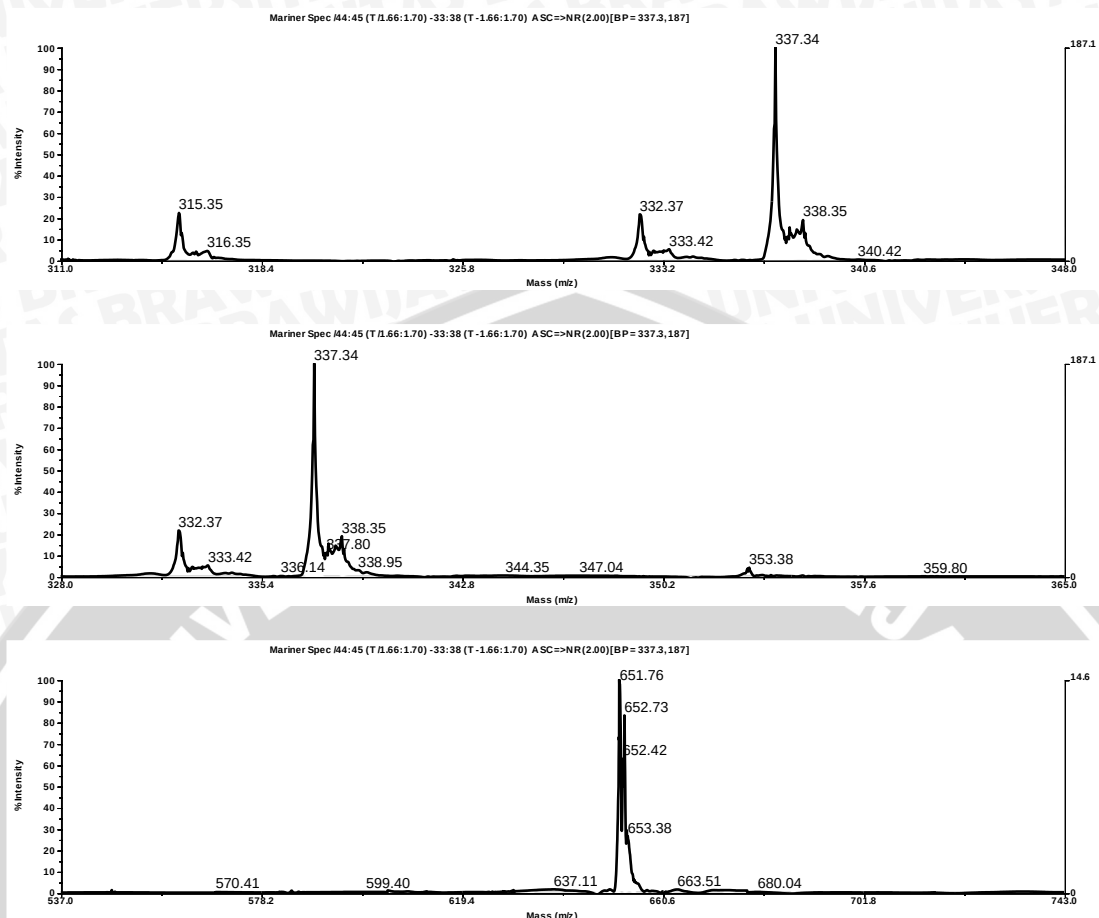
Column C-18 (15mm x 1mm)

Eluent MeOH



| Index | Time     | Lower Bound | Upper Bound | Height | Area    |
|-------|----------|-------------|-------------|--------|---------|
| 1     | 1.659383 | 1.388500    | 1.969333    | 172    | 1026.91 |





Kemungkinan ke 1.

$M+H = 337.34$

$M+Na = 359.38$

Kemungkinan ke 2

$M+H = 315.35$

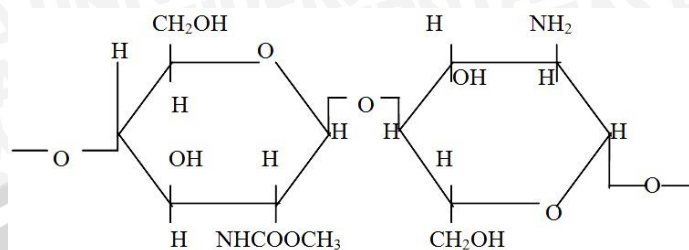
$M+Na = 337.34$

$2M+Na = 651.76$

Cek dg yg lainnya, pilih yg paling mungkin

## Lampiran 21. Karakteristik Kitosan

### Struktur Kimia



Berat Molekul  $1,063 \times 10^5$  dalton

- Sifat Fisika-Kimia
- Kitosan adalah poli-(2-amino-2-deoksi- $\beta$ (1-4)-D-glukopiranos)
  - Kitosan merupakan padatan amorf yang berwarna putih kekuningan
  - Hasil deasetilasi dari kitin
  - Biodegradabel dan biokompatibel
  - Stabil pada pH asam
  - Pelarut yang baik pada larutan asam organik
  - Sifat fisik yang khas dari kitosan yaitu mudah dibentuk menjadi spons, larutan, gel, pasta.
  - Kitosan tidak larut dalam air, pelarut organik
  - Kitosan merupakan molekul polimer yang mempunyai berat molekul tinggi, Kitosan dengan berat molekul yang tinggi didapati dengan mempunyai viskositas yang baik dalam suasana asam

Konstan Dielektrik 22 pada  $-34^{\circ}\text{C}$ .

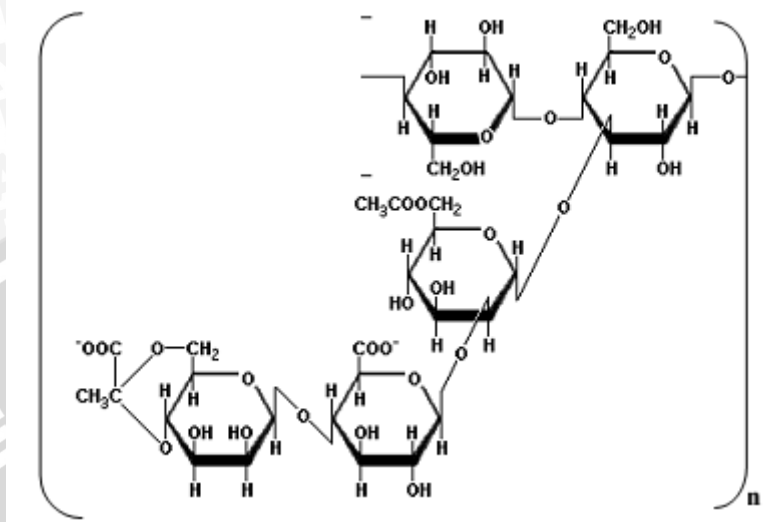
$(\text{C}_6\text{H}_{11}\text{NO}_4)_n$

-



## Lampiran 22. Karakteristik Gum Arab

### Struktur Kimia



Berat Molekul 250.000 – 1.000.000 delton

- Sifat Fisika-Kimia
- Serangkaian satuan-satuan D-galaktosa, L-arabinosa, asam D-galakturonat dan L-ramnosa
  - Gum arab stabil dalam larutan asam, yaitu pada pH alami berkisar 3,9-4,9
  - Penghasil emulsi yang stabil
  - Sifat gum arab dalam larutan dipengaruhi oleh konsentrasinya, Semakin tinggi konsentrasi gum arab maka viskositas larutan semakin meningkat
  - Larut dalam pelarut organik atau air

Konstan Dielektrik 26 pada -33<sup>0</sup> C

Nilai n gum arab 4000