

## MORFOLOGI MIKROPARTIKEL EKSTRAK KINANG DENGAN VARIASI WAKTU DAN SUHU PROSES ULTRASONIKASI

Inka Rizki Padya<sup>1</sup>

Program Studi Teknologi Hasil Pertanian Institut Teknologi Pagar Alam<sup>1</sup>  
Jalan Masik Siagim No.75 Simpang Mbacang Kec.Dempo Tengah Kota Pagar Alam  
Korespondensi penulis : inkapadya18@gmail.com

### ABSTRAK

Indonesia merupakan salah satu negara tropis yang memiliki keragaman hayati dan dikenal sebagai gudang tanaman herbal. Masyarakat Indonesia pada umumnya mempunyai kebiasaan tradisonal sehat yaitu dengan mengkonsumsi beberapa campuran bahan herbal salah satunya kebiasaan menginang. Nginang terdiri dari beberapa bahan campuran tanaman herbal seperti daun sirih, pinang, kapur sirih dan gambir yang kemudian dicampur dan dikunyah. Kebiasaan menginang ini lebih banyak dilakukan oleh orang tua dan kurang diminati karena memiliki flavor dan bau yang kuat. Komposisi bahan campuran kinang ini memiliki banyak manfaat karena mengandung senyawa antioksidan dan antibakteri, sehingga perlu adanya tindakan lanjutan dengan membuat inovasi. Inovasi yang dapat dilakukan yaitu dengan pembuatan mikropartikel ekstrak kinang. Mikropartikel memiliki ukuran 1 – 1000  $\mu\text{m}$ , mikropartikel dapat menjadi sistem penghantaran yang efektif untuk zat aktif dan dapat melepaskan lebih dari 80% zat aktif dalam waktu 10 menit. Pembuatan mikropartikel dapat menggunakan proses atau metode ultrasonikasi. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi waktu dan suhu proses ultrasonikasi terhadap morfologi mikropartikel ekstrak kinang. Variasi waktu ultrasonikasi yang digunakan yaitu 30 menit, 60 menit, 90 menit, dan 120 menit. Sedangkan suhu ultrasonikasi yang digunakan yaitu 50°C, 60°C, dan 70°C. Hasil *Scanning Electron Microscope* (SEM), terlihat bahwa mikropartikel yang dihasilkan berbentuk tidak sferis atau tidak beraturan. Pada pembesaran sebanyak 150 kali, ukuran mikropartikel berkisar antara  $\pm 54 \mu\text{m}$  sampai 700  $\mu\text{m}$ . Berdasarkan hasil karakteristik fisik, dapat dibuktikan bahwa mikropartikel dengan morfologi terbaik yaitu pada variasi proses ultrasonikasi dengan waktu 30 menit dan suhu 60°C.

**Kata Kunci:** Kinang; Mikropartikel; Morfologi; Ultrasonikasi

### ABSTRACT

*Indonesia is a tropical country that has biodiversity and known as a storehouse of herbal plants. In general Indonesian people have healthy traditional habits, by consuming several mixtures of herbal ingredients, which is the habit of Nginang. Nginang consists of several ingredients mixed with herbal plants such as betel leaf, areca nut, whiting and gambier which are then mixed and chewed. The habit of Nginang is mostly done by parents and is less desirable because it has a strong flavor and smell. The composition of kinang has many benefits because it contains antioxidant and antibacterial compounds, so that further action is needed by making innovations. The innovation that can be done is by making kinang extract microparticles. Microparticles have a size of 1 – 1000  $\mu\text{m}$ , microparticles can be an effective delivery system for the active substance and can release more than 80% of the active substance within 10 minutes. The manufacture of microparticles can use the ultrasonication process. The objective of this reaserch was to determine the effect of variations in time and temperature of the ultrasonication process on the morphology of the microparticles of kinang extract. The ultrasonication time variations used were 30 minutes, 60 minutes, 90 minutes, and 120 minutes. While the ultrasonication*

temperatures used are 50°C, 60°C, and 70°C. The results of the Scanning Electron Microscope (SEM) show that the resulting microparticles are not spherical or irregular. At 150 times magnification, the size of the microparticles ranged from  $\pm 54$  m to 700 m. Based on the results of physical characteristics, it can be proven that the microparticles with the best morphology are in the variation of the ultrasonication process with a time of 30 minutes and a temperature of 60°C.

**Keywords** : Kinang; Microparticles; Morphology; Ultrasonication

## 1. PENDAHULUAN

Masyarakat Indonesia pada umumnya mempunyai kebiasaan tradisonal sehat yaitu dengan mengkonsumsi beberapa campuran bahan herbal salah satunya kebiasaan menginang. Masyarakat Indonesia menyebut istilah tersebut sebagai "Ngingang". Ngingang merupakan kegiatan yang biasanya dilakukan oleh orang tua dan digunakan untuk acara adat serta dianggap mempunyai manfaat untuk memperkuat gigi dan menghambat terjadinya karies gigi. Ngingang terdiri dari beberapa bahan campuran tanaman herbal seperti daun sirih, pinang, kapur sirih dan gambir yang kemudian dicampur dan dikunyah. Bahan campuran menginang memiliki manfaat yang berbeda. Komposisi pada ngingang memiliki kandungan antioksidan dan antibakteri. Kebiasaan menginang lebih banyak dilakukan oleh orang tua atau untuk acara adat sehingga membuat kebiasaan sehat ini kurang diminati semua kalangan dan menginang memiliki efek negatif pada kerusakan gigi sehingga manfaat pada kinang ini tidak dapat dikembangkan dengan baik. (Ismawati *et al.*, 2019). Tindakan lanjutan untuk mengoptimalkan manfaat yaitu dengan meningkatkan nilai tambah dan dapat dijadikan sebagai sistem penghantaran senyawa aktif. Salah satu cara yang dapat digunakan untuk membuat inovasi terbaru dari kinang ini adalah dengan pembuatan mikropartikel.

Mikropartikel adalah partikel yang mempunyai ukuran sebesar 1-1000  $\mu\text{m}$ . Mikropartikel dapat menjadi sistem penghantaran efektif untuk zat aktif. yang dapat diberikan melalui oral, transdermal, intramuskular, interperitonal dan paru-paru. Mikropartikel mempunyai ukuran partikel yang kecil sehingga ekstrak mudah larut dan memiliki efisiensi penyerapan yang tinggi (Yang *et al.*, 2020).

Terdapat beberapa metode pembuatan mikropartikel, diantaranya yaitu penguapan pelarut (solvent evaporation), gelasi ionik, semprot kering (*spray drying*), *freeze drying*, koaservasi dan ekstraksi cairan superkritis. Salah satu metode pembuatan mikropartikel yang sering digunakan adalah gelasi ionik karena metode ini merupakan metode yang mudah dalam penanganan dan terkontrol. Metode ini menggunakan kitosan dan natrium tripolifosfat sebagai penyalut. Gelasi ionik memungkinkan terjadinya interaksi antara gugus amino bermuatan positif pada kitosan dengan tripolifosfat yang bermuatan negative sehingga memungkinkan terbentuknya kitosan termodifikasi dengan morfologi mikrometer bahkan nanometer. Pada umumnya metode gelasi ionik menggunakan bantuan ultrasonikasi pada tahap pembuatan partikel berukuran mikropartikel. (Suri *et al.*, 2013).

Sonikasi merupakan aplikasi dari penggunaan energi suara untuk proses pengadukan partikel pada suatu sampel dengan berbagai macam tujuan seperti untuk ekstraksi beberapa senyawa dari tanaman, mikroalga dan rumput laut (Garcia-Vaquero *et al.*, 2017). Sonikasi berarti pemberian perlakuan ultrasonik suatu bahan pada kondisi tertentu, sehingga menyebabkan bahan tersebut mengalami reaksi kimia sebagai akibat perlakuan yang diberikan. Prosesnya dengan menggunakan gelombang ultrasonik pada rentang frekuensi 20 KHz hingga 10 MHz atau yang dikenal dengan

istilah ultrasonikasi (Akgedik et al., 2016). Ultrasonik telah menjadi salah satu alat penting untuk sintesis mikropartikel hingga nanopartikel dan metode yang baik untuk persiapan mikropartikel hingga nanopartikel dengan morfologi terkontrol (Rane et al., 2018).

Pada penelitian ini akan dibuat mikropartikel dengan metode ultrasonikasi dengan variasi waktu dan suhu yang berbeda, kemudian dilakukan karakteristik fisik meliputi oragnileptis dan morfologi partikel. Penerapan mikropartikel pada kinang ini diharapkan dapat diaplikasikan sebagai bahan tambah atau sebagai sitem penghantar zat aktif pada produk pangan maupun kesehatan dengan meningkatnya manfaat dan kualitas dari kinang itu sendiri. Dengan demikian, dengan adanya pengembangan mikropartikel diharapkan manfaat dari kinang dapat ditingkatkan.

## 2. METODE PENELITIAN

### 2.1 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah 1) baskom, 2) cawan alumunium, 3) cawan petri, 4) botol kaca ukuran 100mL, 5) alat-alat gelas (Pyrex®, Amerika Serikat), 6) corong kaca (IWAKI, Indonesia), 7) pengaduk kaca, 8) blender (Philips, Belanda), 9) oven kabinet, 10) hot plate (IKA®C-MAG HS4, Malaysia), 11) oven (Memmert, Jerman), 12) desikator (Normax, Europe), 14) lemari es (Sharp, Jepang), 15) timbangan digital (platform scale merk I-2000, China), 16) sonikator (Elmasonic S 60H, Jerman), 17) *water bath*, (IKA® HB 05.06 CN, Malaysia), 18) pH meter, 19) *magnetic stirrer* (Malaysia), 20) timbangan analitik (Kenko Panasonic Electronic, Jepang), 21) *freeze-dryer* (Hanbei LGJ-12, China), dan 22) *Scanning Electron Microscope* (Tescan Vega3, Republik Ceko).

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah 1) daun sirih, 2) pinang, 3) kapur sirih, 4) gambir, 5) bubuk kitosan, 6) Natrium Tripolifosfat/NaTPP (Na<sub>5</sub>P<sub>3</sub>O<sub>10</sub>), 7) asam asetat 5%, 8) ethanol 96%, 9) metanol, 10) 2,2-difenil-1- pikrilhidrazil (DPPH), 11) kertas saring (Whatman 40), dan 12) aquadest.

### 2.2 Preparasi dan Pembuatan Ekstrak Kinang

Semua komponen kinang dibuat menjadi serbuk dengan menggunakan ayakan 40 mesh. Pembuatan ekstrak kinang dilakukan secara maserasi dingin. Proses ekstraksi dengan teknik maserasi dingin dilakukan dengan beberapa kali pengocokan atau pengadukan pada suhu ruang. Semua bahan penyusun kinang yang akan diekstrak menggunakan formulasi terbaik berdasarkan penelitian (Verawati, 2017) yaitu daun sirih (8 g), pinang (3,5 g), gambir (2,5 g) dan kapur sirih (2 g). Semua bahan penyusun kinang dilakukan pencampuran sesuai dengan formulasi tersebut. Formulasi kinang yang telah dicampur kemudian ditambahkan pelarut air dengan perbandingan 1 : 10. Kemudian larutan sampel dilakukan pengadukan dan perendaman selama 24 jam. Pada 6 jam pertama sampel diaduk kembali hingga merata dan didiamkan kembali selama 18 jam berikutnya. Setelah direndam selama 24 jam, sampel disaring dengan menggunakan kertas saring. Ampas yang didapat kemudian remaserasi sampai 2x.

### 2.3 Preparasi dan Sintesis Mikropartikel Ekstrak Kinang

Mikropartikel yang dibuat menggunakan metode gelasi ionik dengan penggunaan larutan kitosan dan natrium tripolifosfat sebagai penyalut untuk mikropartikel ekstrak kinang berdasarkan modifikasi penelitian Pakki et al., (2016) dan Wahyudi et al., 2018 yaitu pada preparasi larutan kitosan yaitu dengan menimbang kitosan sebanyak 0,5 g dengan menggunakan kaca arloji, kemudian kitosan dilarutkan dengan asam asetat 5% v/v hingga 100 mL dan diaduk dengan pengaduk magnetic stirrer selama 5 menit. Kemudian preparasi larutan natrium tripolifosfat yaitu dengan menimbang natrium tripolifosfat sebanyak 0,2 g dan dilarutkan dengan aquadest hingga 40 mL serta diaduk dengan pengaduk magnetic

stirrer selama 5 menit. Larutan kitosan yang telah dibuat sebanyak 100 mL diaduk kembali dengan pengaduk magnetic stirrer selama 10 menit. Selama pengadukkan ekstrak kinang dimasukkan sebanyak 50 mL secara bertahap dan setelah tercampur diaduk kembali selama 15 menit. Larutan natrium tripolifosfat sebanyak 40 mL ditambahkan pada larutan kitosan-ekstrak kinang dan diaduk selama 20 menit sampai homogen. Larutan campuran ekstrak kinang-kitosan-natrium tripolifosfat disonikasi dengan menggunakan berbagai perlakuan (suhu dan waktu).

#### 2.4 Ultrasonikasi Larutan Mikropartikel Ekstrak Kinang

Larutan mikropartikel ekstrak kinang yang telah siap kemudian dilakukan proses selanjutnya dengan menggunakan bantuan alat sonikator merk Elmasonic S 60H tipe *cleaning* sonikator (*water bath*) dengan frekuensi 35 kHz. Sebelum menggunakan alat ini, terlebih dahulu air dimasukkan secukupnya sebagai media perambatan energi suara ultrasonikasi pada sampel. Larutan sampel sebanyak 1 L dimasukkan kedalam alat sonikator. Atur suhu dan waktu pada alat sesuai perlakuan, perlakuan waktu yang digunakan yaitu 30 menit, 60 menit, 90 menit dan 120 menit, sedangkan suhu yang digunakan yaitu 50°C, 60°C dan 70°C. Tiap perlakuan dilakukan tiga kali pengulangan. Larutan sampel yang telah di sonikasi, dilakukan pengeringan dengan menggunakan alat *freeze drying* (kapasitas 5 liter). Larutan sampel yang telah kering kemudian dihaluskan dengan menggunakan alat penghalus.

#### 2.5 Organoleptis

Pengamatan organoleptis dilakukan secara visual dengan menggunakan panca indera manusia, pengamatan meliputi bentuk, warna dan bau dari sediaan mikropartikel.

#### 2.6 Morfologi Mikropartikel

Pengamatan morfologi dilakukan dengan menggunakan alat *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Cara pengujian dilakukan dengan cara serbuk mikropartikel ekstrak kinang diletakkan pada potongan kuningan (*stub*) berdiameter 1 cm dengan menggunakan selotip dua sisi. Selanjutnya serbuk tersebut dibuat menjadi konduktif secara elektrik dengan seberkas sinar platina lapis tipis dari *coater* selama 30 detik pada tekanan dibawah 2 Pa dan kuat arus 30 mA. Foto diambil pada tegangan elektron 25.0 kV dengan perbesaran 150 kali.

### 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 3.1. Karakteristik Fisik Organoleptis

Pengamatan fisik organoleptis dilakukan terhadap larutan ekstrak kinang, larutan ekstrak kinang yang telah diultrasonikasi, dan serbuk mikropartikel ekstrak kinang. Hasil pengamatan organoleptis pada larutan ekstrak kinang memiliki warna

coklat pekat (Gambar 1) dan bau yang kuat. Tampilan warna yang pekat menunjukkan masih adanya endapan pada larutan ekstrak kinang.



**Gambar 1.** Larutan Ekstrak Kinang

Pada larutan mikropartikel yang telah di ultrasonikasi (Gambar 2) terlihat warna larutan coklat terang yang jernih dan memiliki bau yang tidak kuat. Hal ini disebabkan adanya penambahan larutan kitosan dan natrium tripolifosfat yang kemudian di ultrasonikasi sehingga warna yang dihasilkan menjadi lebih jernih.



**Gambar 2.** Larutan Ekstrak Kinang Ultrasonikasi

Dan untuk serbuk mikropartikel ekstrak kinang (Gambar 3) memiliki warna coklat dan tidak memiliki bau yang kuat. Pada pembuatan serbuk mikropartikel menggunakan alat *freeze drying*.

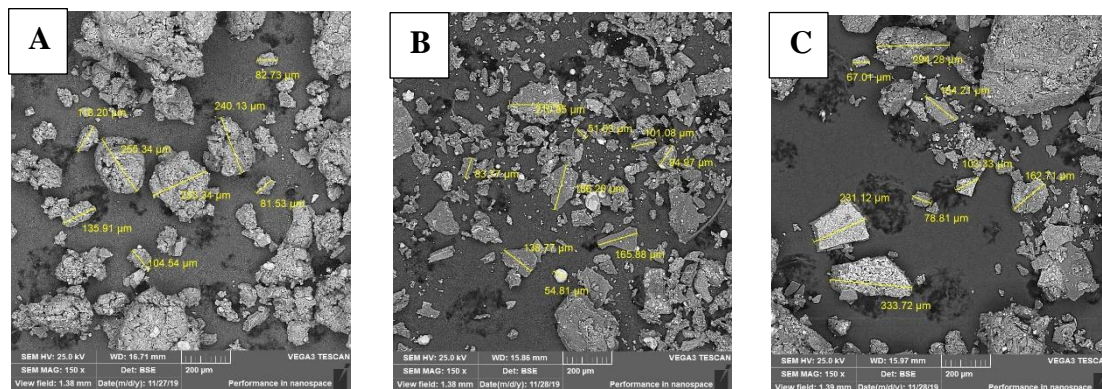


**Gambar 3.** Serbuk Mikropartikel Ekstrak Kinang

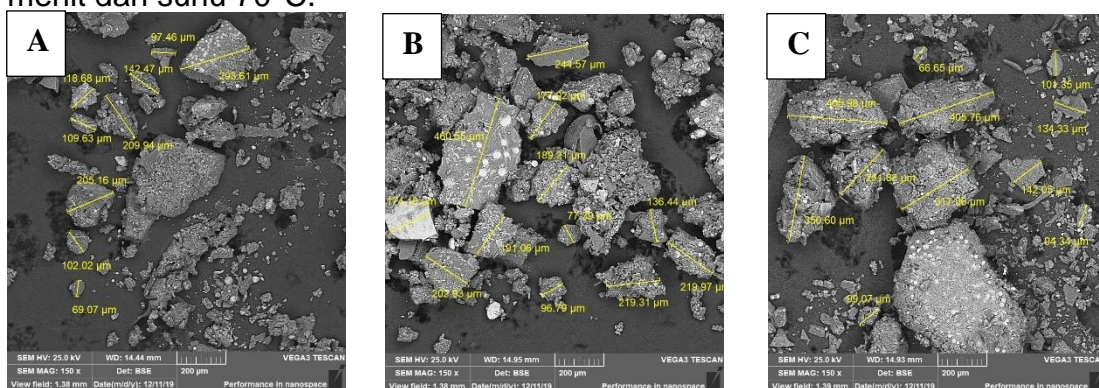


### 3.2. Morfologi Partikel

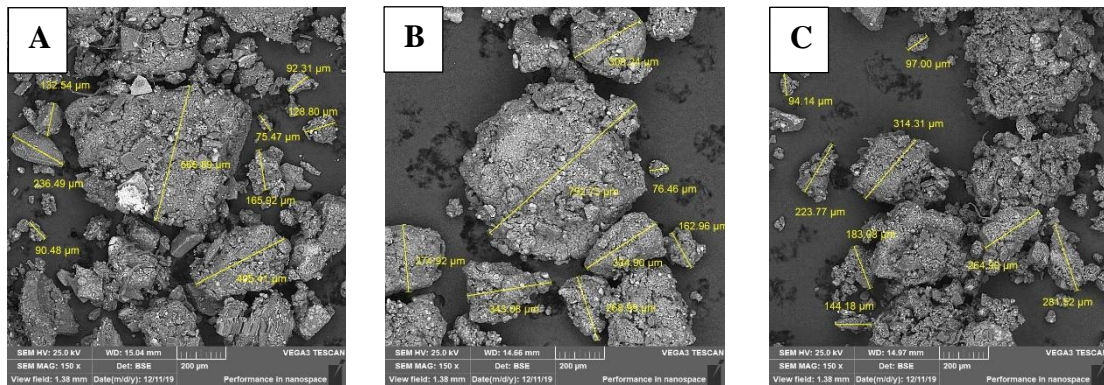
Pengamatan morfologi partikel dilakukan dengan menggunakan alat *Scanning Electron Microscope* (SEM). Pengamatan morfologi partikel dilakukan pada serbuk mikropartikel ekstrak kinang dengan variasi waktu (30 menit, 60 menit, 90 menit, dan 120 menit) dan suhu (50°C, 60°C, dan 70°C) ultrasonikasi. Hasil pengamatan menggunakan alat SEM menunjukkan bahwa semua perlakuan menghasilkan bentuk yang tidak sferis atau tidak beraturan. Hal ini kemungkinan dikarenakan adanya pengaruh lingkungan luar dan proses *cross-linking* yang tidak sempurna. Kombinasi polimer kitosan dan natrium tripolifosfat berpengaruh terhadap karakteristik fisik mikropartikel (Pradana *et al.*, 2022). Pada pembesaran 150 kali, terlihat bahwa adanya aglomerasi antar partikel. Ukuran mikropartikel ekstrak kinang yang dihasilkan tidak seragam yaitu berkisar antara  $\pm 54 \mu\text{m}$  sampai  $700 \mu\text{m}$ . Berdasarkan hasil pengamatan, ukuran partikel terkecil rata-rata terdapat pada variasi waktu 30 menit (Gambar 4) yaitu bersikar antara  $54,81 \mu\text{m}$  –  $333,72 \mu\text{m}$ . Semakin lama waktu ultrasonikasi yang digunakan dan semakin tinggi suhu ultrasonikasi yang digunakan partikel yang dihasilkan semakin beraglomerasi dan mempunyai ukuran yang relatif lebih besar.



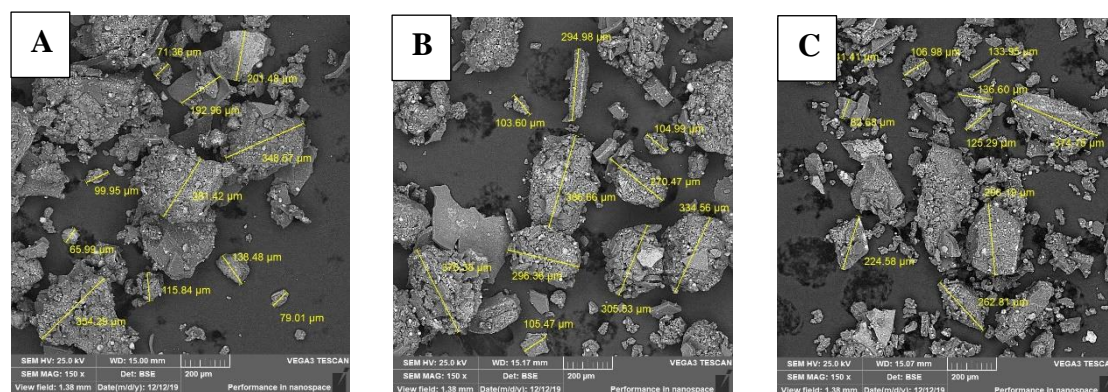
**Gambar 4.** Bentuk dan morfologi partikel ekstrak kinang hasil SEM : (a) variasi waktu 30 menit dan suhu 50°C, (b) variasi waktu 30 menit suhu 60°C, (c) variasi waktu 30 menit dan suhu 70°C.



**Gambar 5.** Bentuk dan morfologi partikel ekstrak kinang hasil SEM : (a) variasi waktu 60 menit dan suhu 50°C, (b) variasi waktu 60 menit suhu 60°C, (c) variasi waktu 60 menit dan suhu 70°C.



**Gambar 6.** Bentuk dan morfologi partikel ekstrak kinang hasil SEM : (a) variasi waktu 90 menit dan suhu 50°C, (b) variasi waktu 90 menit suhu 60°C, (c) variasi waktu 90 menit dan suhu 70°C.



**Gambar 7.** Bentuk dan morfologi partikel ekstrak kinang hasil SEM : (a) variasi waktu 120 menit dan suhu 50°C, (b) variasi waktu 120 menit suhu 60°C, (c) variasi waktu 120 menit dan suhu 70°C.

Seluruh hasil telah menunjukkan bahwa mikropartikel ekstrak kinang dapat terbentuk dan prospektif untuk dilanjutkan pada pengujian disolusi, karakterisasi kimia hingga klinis. Namun, optimasi penggunaan tripolifosfat dan metode ultrasonikasi masih perlu dilakukan, untuk dapat menghasilkan bentuk dan morfologi yang lebih baik, sehingga dapat membantu proses preparasi sediaan selanjutnya pasca modifikasi material selesai dilakukan (Pradana, *et al.*, 2021).

#### 4. SIMPULAN

Berdasarkan hasil, dapat disimpulkan bahwa mikropartikel ekstrak kinang yang dibuat dengan variasi waktu dan suhu ultrasonikasi berpengaruh terhadap morfologi mikropartikel ekstrak kinang. Mikropartikel ekstrak kinang yang dihasilkan memiliki bentuk yang tidak sferis, antar partikel terjadi aglomerasi, ukuran yang dihasilkan berkisar antara  $\pm 54 \mu\text{m}$  sampai  $700 \mu\text{m}$ . Ukuran partikel terkecil terdapat pada perlakuan waktu ultrasonikasi 30 menit yaitu antara  $54,81 \mu\text{m} - 333,72 \mu\text{m}$ . Semakin lama waktu ultrasonikasi yang digunakan dan semakin tinggi suhu ultrasonikasi yang digunakan partikel yang dihasilkan semakin beraglomerasi dan mempunyai ukuran yang relatif lebih besar.

## 5. UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada analis Laboratorium Bersama Universitas Lampung untuk penggunaan alat *freeze drying* dan analis serta Kepala Laboratorium Forensik POLDA Sumatera Selatan untuk penggunaan alat *Scanning Electron Microscope* (SEM).

## DAFTAR RUJUKAN

- Akgedig, R., Aytakin, I., Kurt, A.B., and Eren Dagli, C. 2016. *Recurrent Pneumonia Due to Olive Aspiration in a Healthy Adult : A Case Report*. The Clinical Respiratory Journal, 10 : 809-810.
- Garcia-Vaquero, M., Rajauria, G., O'Doherty, J.V., and Sweeney, T. 2017. *Polysaccharides from Macroalgae : recent Advances, Innovative Technologies and Challenges in Extraction and Purification*. Food Research Int, 99 : 1011-1020.
- Ismawati, R., Wicaksono, A.B., Rahayu, R. 2019. *Kebiasaan Buruk Para Pengunyah Sirih*. Jurnal Promkes, 5(2) : 218-222.
- Pakki, E., Sumarheni., Aisyah, F., Ismail., Safirahidzni, S. 2016. *Formulasi Nanopartikel Ekstrak Bawang Dayak (Eleutherine americana (Aubl) Merr) dengan Variasi Konsentrasi Kitosan-Tripolifosfat (TPP)*. J. Trop. Pharm. Chem, 3 (4) :251-263.
- Pradana, A.T., Nawatila R., Alkindi, F.F., Darmayani, N.P.R., Susanti, E.D. 2021. *The Effect of Spray-drying Temperature on Centella asiatic Extract-β cyclodextrin-maltodextrin Nanoparticle Characteristics and Stability*. Pharmacia. 11(3) : 394-405.
- Pradana, A.T., Nawatila, R., Rachman, M.R. 2022. *Karakteristik Fisik Mikropartikel Kuersetin dengan Kombinasi Kitosan-Natrium Tripolifosfat menggunakan Metode Orifice Ionic Gelatination*. Jurnal Ilmiah Ibnu Sina, 7(1) : 133-142.
- Rane, A.V., Kanny, K., Abhita, V.K., and Thomas, S. 2018. *Synthesis of Inorganic Nanomaterials*, Book Chapter 5 : Method for Synthesis of Nanoparticle and Fabrication of Nanocomposites, 121-139.
- Suri, S., Ruan, G., Winter, J., Schmidt, C.E. 2013. *Biomaterial Science (Third Edition) : Chapter 1.2.19 – Microparticel and Nanoparticle*. Academic Press : 360-268.
- Verawati, E. 2017. *Marshmallow Fungsional dengan Penambahan Ekstrak Kinang*, Tesis. Universitas Sriwijaya.
- Yang L., Daniel S., Kohane. 2020. *Biomaterial Science (Fourth Edition) : An Introduction to Material in Madicine*. Academic Press : 431-451.