PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL EKSTRAK ETANOL TEMU KUNCI (Boesenbergia pandurata) PADA BERBAGAI VARIASI KOMPOSISI KITOSAN

THE PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF FINGERROOT (Boesenbergia pandurata) ETANOL EXTRACT NANOPARTICLES WITH VARIOUS CITOSAN COMPOTITION

Dessy Kurniasari, Sri Atun*

Jurusan Pendidikan Kimia, FMIPA UniversitasNegeri Yogyakarta

*email: atun_1210@yahoo.com

Diterima 10 Februari 2017, disetujui 10 April 2017

Abstrak

Penelitian ini bertujuan membuat dan mengetahui karakteristik nanopartikel dari ekstrak etanol temu kunci (Boesenbergia pandurata). Pembuatan ekstrak temu kunci menggunakan metode maserasi menggunakan etanol teknis 96% dilanjutkan evaporasi hingga terbentuk ekstrak kental. Koloid nanopartikel dibuat dengan mencampurkan ekstrak temu kunci dalam etanol p.a, akuades, larutan kitosan dalam asam asetat glasial, dan larutan NaTPP. Ada 9 variasi komposisi antara larutan kitosan dan NaTPP. Padatan dalam koloid nanopartikel dipisahkan dengan cara sentrifugasi. Endapan yang didapatkan disimpan dalam freezer. Koloid nanopartikel yang terbentuk dikarakterisasi menggunakan Particle Size Analyzer (PSA) dan Zeta Sizer untuk mengetahui ukuran partikel dan nilai zeta potensial. Padatan yang didapatkan dari proses sentrifugasi selanjutnya dikarakterisasi menggunakan Scanning Electron Microscopy (SEM) untuk mengetahui kondisi morfologi padatan tersebut. Karakterisasi dengan KLT pada padatan yang didapatkan bertujuan mengetahui kesamaan kandungan senyawa antara ekstrak etanol temu kunci dan ekstrak etanol temu kunci dalam sediaan berukuran nano. Koloid nanopartikel yang telah dibuat berwarna kuning dan disentrifugasi terbentuk padatan berwarna kuning kecokelatan. Karakterisasi menggunakan PSA menunjukkan ukuran partikel pada rentang 389-877 nm sebanyak 98,1% pada rasio konsentrasi kitosan dan NaTPP = (8:1). Nilai rerata zeta potensial adalah 41,87 mV. Hasil foto SEM menunjukkan morfologi partikel yang memiliki permukaan yang tidak rata. Rf keenam sampel menunjukkan hasil bahwa senyawa yang terkandung dalam ekstrak etanol temu kunci maupun ekstrak etanol temu kunci dalam sediaan nanopartikel adalah sama.

Kata Kunci: kitosan, NaTPP, ekstrak etanol temu kunci, KLT, SEM, PSA, zeta sizer

Abstract

This research aimed for creating and determining characteristic of fingerroot (Boesenbergia pandurata) nanoparticles. Preparation of fingerroot ethanol extract was performed by maceration method with etanol 96% followed by evaporation to form viscous extract. Colloidal nanoparticles were made by mixing the viscous extract of fingerroot with ethanol, aquadest, chitosan solution in acetat glacial acid, and STPP. There were 9 variations of chitosan and STPP compotition ratio. Colloidal nanoparticles were centrifuged to separate preciptate of fingerroot nanoparticles. Then, the precipitate of fingerroot was kept in freezer. Characterization nanoparticles size and zeta potential of fingerroot nanoparticles was performed using Particle Size Analyzer (PSA) and Zeta Sizer. Morfologi of preciptated nanoparticles characterized using Scanning Electron Microscopy (SEM). Characterization of preciptate nanoparticles using TLC for determining the similarity of compounds fingerroot etanol extract and etanol extract nanoparticles. Colloidal nanoparticles that have been prepared form yellow color and after sentrifugation, it form solid yellow-brown. Characterization using PSA showed the nanoparticle size by 389-877nm 98,1% in the ratio concentration of chitosan and STPP = 8:1. The average of zeta potential value was 41,87mV. Outcome from using SEM showed the morfologi of preciptated particle. The Rf of six sample showed that compound in extract ethanol of fingerroot and nanoparticle extract ethanol of fingerroot was the same.

Keywords: chitosan, STPP, fingerroot extract, nanoparticles, TLC, SEM, PSA, zeta sizer

Pendahuluan

Indonesia merupakan salah satu negara yang memiliki keanekaragaman hayati yang cukup melimpah. Salah satu kekayaan hayati yang ada di Indonesia adalah tanaman obatnya yang memiliki banyak manfaat bagi kesehatan manusia.

Boesenbergia ,pandurata (Zingiberaceae), lebih dikenal dengan nama "temu kunci", merupakan salah satu tanaman obat yang ada di Indonesia. Rimpang dari tanaman ini secara tradisional digunakan untuk pengobatan beberapa penyakit. Rimpang temu kunci mengandung essential oils dan beberapa senyawa flavonoid yang berguna bagi pengobatan sebagai antifungal, antibacterial, antioksidan, dll. Salah satu senyawa flavonoid dalam tanaman ini yaitu panduratin, memiliki kemampuan yang cukup kuat sebagai antifungal, antibakteri, anti-inflammatory, dan antikanker[1].

Efisiensi dari penggunaan obat selalu terhambat oleh kemampuan obat itu sendiri dalam mencapai tempat aksinya. Dalam banyak kasus (ukuran normal), hanya sedikit jumlah obat yang dapat mencapai target tempat aksi, sementara sebagian besar dari obat didistribusikan keseluruh tubuh sesuai dengan kandungan *physicochemical* dan *biochemical*nya [2].

Nanopartikel merupakan partikel koloid padat dengan diameter 1-1000 nm [2]. Mengandung makromolekuler material dan dapat digunakan untuk pengobatan sebagai pembawa obat yang senyawa aktifnya telah terlarut, terjerat, dan *encapsulated*[2].

Kitosan adalah polisakarida yang banyak terdapat di alam setelah selulosa. Kitosan merupakan suatu senyawa poli (Namino-2-deoksi- β -D-glukopiranosa) atau glukosamin hasil deasetilasi kitin/poli (N-asetil-2-amino-2-deoksi- β -D-glukopiranosa). Kitosan mempunyai sifat spesifik yaitu adanya sifat bioaktif, biokompatibel, pengkelat, antibakteri dan dapat terbiodegrasi [3].

Namun demikian, kitosan hanya larut dalam media air dengan keberadaan sedikit asam dan sifat-sifatnya kurang baik untuk aplikasi biomedis [4]. Salah satu pemanfaatan kitosan dalam sistem biomedis atau biologis adalah pada sistem penghantaran obat dan pelepasan obat [5]. Pada sistem ini pelepasan obat dengan kitosan memiliki keterbatasan karena kitosan cepat sekali menyerap air dan memiliki derajat *swelling* yang tinggi dalam lingkungan berair, hal tersebut akan menyebabkan pelepasan obat terjadi lebih cepat [6].

Penelitian yang dilakukan Bhumkar dan Varsha mempelajari pembuatan partikel kitosan ter-crosslink dengan TPP dengan metode *ionotrophic gelation*. Kitosan yang diikat silang secara ionik menunjukkan derajat *swelling* yang rendah. Kitosan yang terikat silang ini juga mudah diatur sesuai dengan fungsi yangdiinginkan, seperti hidrofilisitas, kerapatan, dan kristalinitas [7]. Metode gelasi ionik juga berhasil digunakan dalam pembuatan nanopartikel fraksi kloroform *Kaempferia rotunda* dengan kitosan dan Na-TPP. Hasil pengukuran nanopartikel adalah antara 172 sampai 877 nm dengan nilai zeta potensial antara +28,06 sampai +38,03 mV [8].

Berdasarkan uraian sebelumnya, manfaat baik yang terkandung dalam temu kunci dapat ditingkatkan dengan cara mengubahnya menjadi bentuk nanopartikel. Mencari perbandingan yang tepat antara kitosan dan Na-TPP dalam pembuatan nanopartikel temu kunci merupakan tantangan dalam penelitian ini.

Metode Penelitian

Alat

PSA (Particle Size Analyzer) HORIBA LB-550 (IK 03 TP 016), SEM (Scanning Elevtron Microscopy), Zeta Sizer Nano series Malvem, satu set evaporator buchii 190, gelas beker, corong kaca, erlenmeyer, gelas ukur, pipet volum, kertas saring, tissue, spatulla, magnetic stirrer, satu set alat sentriuge, dan satu set alat KLT (Kromatografi Lapis Tipis).

Bahan

Rimpang temu kunci (*Boesenbergia pandurata*), kitosan, NaTPP, etanol teknis 96%, etanol p.a., asam asetat glasial, akuades, kloroform.

Prosedur Kerja

Tahap Pengumpulan dan Penyiapan Sampel

Sampel berupa rimpang temu kunci (Boesenbergia pandurata) diperoleh dari Pasar Beringharjo Yogyakarta, DIY, Indonesia. Sebelum diteliti lebih lanjut, sampel diidentifikasi di Laboratorium Sistematika Tumbuhan, Fakultas Biologi, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta. Selanjutnya, sampel dibersihkan, dipotong-potong lalu dikeringkan di udara terbuka dengan bantuan sinar matahari. Sampel yang telah kering kemudian digiling sampai menjadi serbuk halus yang siap diekstraksi.

Ekstraksi dengan Maserasi

Serbuk rimpang temu kunci dimaserasi menggunakan etanol teknis 96% selama 24 jam berulang-ulang sebanyak 3 kali pada suhu kamar. Ekstrak etanol temu kunci diperoleh dengan cara penyaringanmenggunakan kertas saring. Ekstrak etanol yang diperoleh diuapkan pelarutnya menggunakan evaporator buchii menghasilkan ekstrak etanol kental.

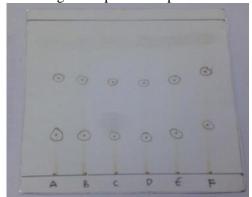
Pembuatan Nanopartikel Ekstrak Etanol Temu Kunci

Ekstrak etanol kental dari temu kunci seberat 1 gram, dilarutkan dalam 35 mL etanol p.a, ditambahkan 15 mL akuades dalam gelas beker 2000 mL. Kitosan dalam 100 mL asam asetat glasial 1% dan larutan NaTPP sebanyak 350 mL. Ada 9 variasi komposisi perbandingan kitosan dan NaTPP pada larutan yang dibuat yaitu adalah (5:1); (10:1); (15:1); (20:1); (3,3:1); (8:1); (9:1); (11:1); dan (12:1). Pengadukan menggunakan magnetic stirrer selama ±2 jam. Koloid nanopartikel kitosan-NaTPP temu kunci kemudian dipisahkan dengan cara sentrifugasi. Padatan vang diperoleh kemudian dimasukkan dalam freezer selama ± 2 hari. Penyimpanan $(\pm -4^{\circ}C)$ dipindahkan dalam lemari es (±3°C) sampai kering. Koloid nanopartikel yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan PSA (Particle Size Analyzer) dan Zeta Sizer untuk mengetahui ukuran partikel dan nilai zeta potensialnya. Padatan yang terbentuk dikarakterisasi menggunakan **SEM** (Scanning Electron *Microscopy*) mengetahui untuk bentuk morfologi dalam bentuk padatannya. Karakterisasi selanjutnya menggunakan KLT (Kromatografi Lapis Tipis) untuk mengetahui kesamaan senyawa temu kunci dalamekstrak etanol maupun dalam sediaan nanopartikel ekstrak etanol temu kunci.

Hasil dan Pembahasan

Ekstrak kental hasil ekstraksi seberat 47,621 gram dari 3 kg serbuk kering rimpang temu kunci.

Pembuatan nanopartikel berupa koloid menghasilkan warna kuning dan padatan nanopartikel hasil sentrifuge berwarna cokelat kekuningan. Karakterisasi menggunakan PSA menunjukkan sampel dengan ukuran nano (<1000 nm) yang paling besar adalah sampel dengan rasio kitosan dan NaTPP (8:1) dengan kitosan 0,08% dan NaTPP 0,01%. Ukuran persen (%) nanopartikel sebanyak 98,1% adalah 389-877 nm dan ukuran mikropartikel sebanyak 1,9% adalah 1005 nm. Nilai zeta potensial rata-rata adalah 41,87 mV. Sehingga, komposisi kitosan dan NaTPP (8:1) merupakan komposisi yang optimum untuk menghasilkan partikel berukuran nano yang optimal. Hasil identifikasi menggunakan KLT menunjukkan hasil yang baik dengan nilai Rf yang hampir sama, Rf keenam sampel yang diidentifikasi menunjukkan nilai yang hampir sama, yaitu Rf A = 0.25 dan 0.60; Rf B = 0.23 dan 0.58; Rf C = 0.22 dan 0.57; Rf D = 0.22 dan 0.57; Rf E0.23 dan 0.58; Rf F = 0.30 dan 0.63. Dengan keterangan kode A adalah sampel ekstrak etanol temu kunci dan B-F adalah sampel G s.d K. Kromatogram dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Kromatogram Hasil KLT

Penggunaan kitosan pada penelitian ini dikarenakan kitosan merupakan polimer yang memiliki sifat bioaktif, biokompatibel, pengkelat, antibakteri, dan dapat terbiodegrasi. Akan tetapi kitosan cepat sekali menyerap air dan memiliki derajat *swelling* yang tinggi dalam lingkungan berair, sehingga pada aplikasi biologis dan medis sebagai sistem penghantaran dan pelepasan obat kurang

menguntungkan. Oleh karena itu penambahan NaTPP perlu dilakukan untuk menghasilkan turunan kitosan dengan peningkatan biokompatibilitas dan menurunkan derajat swelling.

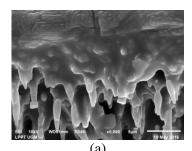
Penggunaan NaTPP sebagai crosslinkerdengan dosis yang rendah bertujuan agar tidak terjadi ikatan yang terlalu banyak antara polianion TPP dengan gugus amina pada kitosan. Metode ini disebut metode gelasi ionik dengan menggunakan pasangan polimer kitosan NaTPP. Mekanisme terbentuknya nanopartikel kitosan terbentuk berdasarkan interaksi elektostatic antara gugus amina dari kitosan dan gugus negatif dari polianion seperti tripolifosfat. Metode gelasi ionik merupakan metode yang mudah dilakukan dibandingkan dengan metode-metode yang lainnya. Kitosan yang terlarut dalam asam asetat kemudian ditambahkan dengan polianion atau anionik polimer, secara spontan akan terbentuk nanopartikel dengan pengadukan menggunakan magnetic stirrerpada temperatur ruangan. Ukuran dan struktur permukaan partikel dapat dimodifikasi dengan memvariasikan rasio kitosan dan NaTPP [2]. Hasil pengukuran menggunakan PSA (berupa ukuran partikel) dan nilai zeta potensial seluruh variasi sampel dapat dilihat pada Tabel 1. Pada penggunaan persen (%) NaTPP yang tinggi dengan persen (%) penggunaan kitosan yang sama akan menghasilkan partikel berukuran mikro lebih banyak.

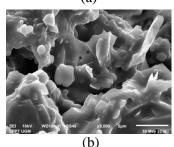
Sentrifugasi dari koloid nanopartikel menghasilkan padatan nanopartikel kering berwarna cokelat kekuningan seperti ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Endapan Kering Nanopartikel

Analisis menggunakan SEM pada sampel yang memiliki persen (%) nanopartikel tinggi menunjukkan bentuk permukaan partikel yang menyerupai *stalaktit* dan *stalakmit* pada goa, Gambar 3(a).





Gambar 3. Hasil SEM Sampel G dengan perbesaran 5000x tampak samping (a) dan tampak atas (b)

Simpulan

Nanopartikel ekstrak etanol temu kunci (Boesenbergia pandurata) dengan kitosan dan NaTPP (Natrium tripolifosfat) pada berbagai variasi komposisi berhasil dibuat dengan 11 variasi komposisi. Komposisi kitosan dan NaTPP untuk membentuk nanopartikel yang paling optimal adalah komposisi pada sampel G dengan rasio konsentrasi (8:1) konsentrasi kitosan dalam asam asetat glasial 0,08% dan NaTPP 0,01%. Hasil karakterisasi komposisi yang optimal menggunakan PSA (Particle Size Analyzer) adalah partikel berukuran nano pada rentang 389-877nm sebanyak 98,1%. Karakterisasi menggunakan Zeta Sizer menghasilkan nilai rerata zeta potensial 41,87mV, karakterisasi menggunakan instrumen SEM menunjukkan morfologi permukaan ekstrak etanol temu kunci dalam bentuk nanopartikel yakni permukaan yang tidak rata, sedangkan hasil karakterisasi menggunakan KLT (Kromatografi Lapis Tipis) menunjukkan nilai Rf yang kurang lebih sama untuk keenam sampel, dengan kata lain kandungan senyawa dalam temu kunci tetap sama, baik dalam bentuk ekstrak etanol nanopartikelnya. maupun sediaan Hasil pengukuran persen (%) nanopartikel dan nilai zeta potensial secara lengkap disajikan pada Tabel 1.

Nilai % Ukuran Ukuran NaTPP % Mikro Sam Kitosan Zeta Nano nano mikro Berat Warna partikel Potensial Pel (%) (%) partikel (nm) (nm) (Mv) 877 1005-1510 0,3344 0,10 0,02 1,3 98,7 Cokelat 0,20 0,02 68.7 510-877 31,3 1005-1510 26,83 0,4444 Cokelat C 0,30 0,02 0,0 100,0 1005-1729 0.3948 Cokelat 766-877 99,0 1005-2269 0,5235 D 14,40 Cokelat 0,40 0,02 1,0 Ē 0,10 0,01 389-877 24,2 1005-1151 32,77 0.4401 75,8 Cokelat F 0,03 100,0 1005-1981 0,687 0.10 0,0 Cokelat G 0.08 0,01 98,1 389-877 1,9 1005 41,87 0,501 Cokelat Η 0,09 0,01 70,1 296-877 29,9 1005-1729 0,380 Cokelat 0,10 0,01 339-877 54,3 1005-1729 0,414 Ι 45,7 Cokelat 0,11 0,01 19,0 766-877 81,0 1005-1151 0,478 Cokelat 0,01 53,7 339-877 46,3 1005-1510 K 0,12 0,413 Cokelat

Tabel 1. Hasil pengukuran Ukuran Partikel dan Nilai Zeta Potensial

Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Prof. Dr. Sri Atun selaku Pembimbing Utama dalam penelitian yang saya lakukan.

Pustaka

- [1] Agus Chahyadi, dkk. (2014). *Boesenbergia* pandurata Roxb., An Indonesian Medical Plant: Phytochemistry, Biological Activity, Plant Biotechnology. *Procedia Chemistry*, 13-14.
- [2] Tiyaboonchai, Waree,(2013).Chitosan Nanoparticles: A Promising System for Drug Delivery. Naresuan University Journal.11,51-66.
- [3] L.O.A.N. Ramadhan, dkk. (2010). Deasetilasi Kitin Bertahap dan Pengaruhnya terhadap

- Derajat Deasetilasi serta massa molekul kitosan. Jurnal Kimia Indonesia, 5, 7-21.
- [4] ZhangM, Li XH, Gong YD, Zhao NM & Zhang XF.2002. Properties and biocompatibility of chitosan films modified by blending with PEG. Biomaterials, 23, 2641-2648.
- [5] Stamatialis DF, Papenburg BJ, Giron'es M, Saiful S, Bettahalli SNM, Schmitmeier S & Wessling M.(2008). Medical applications of members: Drug delivery, artificial organ and tissue engineering. J Membrane Sci, 308, 1-34.
- [6] M. Alaudin dan N. Widiarti. (2014). Sintesis dan Modifikasi Lapis Tipis Kitosan-Tripolifosfat. Jurnal MIPA. 1, 46-52.
- [7] Bhumkar DR & Varsha BP.(2006). Studies on effect of pH on crosslinking of chitosan with sodium tripolyphosphate:a technical note. AAPS Pharm SCi Tech, 7, 1-6.