



FORMULASI DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL BUAH PARIJOTO (*Medinilla speciosa* Blume) MENGGUNAKAN METODE ULTRASONIKASI

ARTIKEL

**DISUSUN OLEH :
MIZANA AMILATUSSHOLIHAH
(050116A061)**

**PROGRAM STUDI FARMASI
FAKULTAS KESEHATAN
UNIVERSITAS NGUDI WALUYO
2020**

HALAMAN PENGESAHAN

Artikel berjudul:

**FORMULASI DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL BUAH
PARIJOTO (*Medinilla speciosa* Blume) MENGGUNAKAN METODE
ULTRASONIKSI**

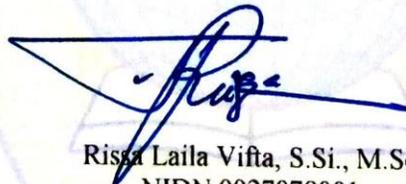
Oleh:

**MIZANA AMILATUSSHOLIAH
NIM. 050116A061**

Telah diperiksa dan disetujui oleh pembimbing Skripsi Program Studi Farmasi
Fakultas Ilmu Kesehatan Universitas Ngudi Waluyo

Ungaran, Februari 2020

Pembimbing Utama



Risa Laila Vifta, S.Si., M.Sc
NIDN.0027079001

FORMULASI DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL BUAH PARIJOTO (*Medinilla speciosa* Blume) MENGGUNAKAN METODE ULTRASONIKASI

THE FORMULATION AND CHARACTERIZATION OF NANOPARTICLES OF *Medinilla speciosa* Blume USING ULTRASONICATION METHOD

Mizana Amilatussholihah⁽¹⁾, Rissa Laila Vifta⁽¹⁾, Agitya Resti Erwiyani⁽¹⁾
⁽¹⁾Program Studi Farmasi, Universitas Ngudi Waluyo, Ungaran
Email: mizanaamilatussholihah@gmail.com

ABSTRAK

Buah parijoto (*Medinilla speciosa* Blume) memiliki aktivitas farmakologis sebagai antioksidan, antidiabetes, antikolesterol, dan antikanker. Ekstrak buah parijoto memiliki ukuran partikel besar yang menyebabkan bioavailabilitasnya rendah. Sehingga perlu diformulasi dalam bentuk nanopartikel untuk meningkatkan bioavailabilitasnya. Nanopartikel dapat dibentuk dengan gelasi ionik dan dimodifikasi dengan metode ultrasonikasi. Metode ultrasonikasi diketahui dapat mempengaruhi pembentukan ukuran partikel. Penelitian ini bertujuan untuk membuat formula terbaik dan karakterisasi nanopartikel buah parijoto menggunakan metode ultrasonikasi. Penelitian diawali dengan pembuatan nano ekstrak buah parijoto menggunakan metode gelasi ionik. Ukuran nano ekstrak dikecilkan menggunakan metode ultrasonikasi dengan variasi waktu dan besar frekuensi ultrasonikasi. Dilakukan optimasi karakteristik nanopartikel menggunakan *Factorial Design* dengan respon ukuran partikel, indeks polidispersitas, dan persen transmittan (%T). Serta dilihat gugus fungsi, morfologi partikel dan dilakukan uji stabilitas. Variasi waktu dan besar frekuensi ultrasonikasi mempengaruhi ukuran partikel, indeks polidispersitas, dan persen transmittan (%T). Formula optimum didapatkan pada perlakuan ultrasonikasi selama 60 menit dan besar frekuensi 45Hz dengan hasil ukuran partikel sebesar 135.4 nm. Nilai indeks polidispersitas 0.324 dan nilai persen transmittan 99.788%, mempunyai karakteristik gugus fungsi OH, NH, CH, morfologi berbentuk bulat dan tidak seragam, tetapi dalam uji stabilitas *cycling test* terjadi peningkatan ukuran partikel.

Kata Kunci: *Medinilla speciosa* Blume, Gelasi Ionik, Ultrasonikasi, Waktu, Frekuensi, Karakterisasi

ABSTRACT

Medinilla speciosa Blume has pharmacological activity as an antioxidant, antidiabetic, anticholesterol, and anticancer. *Medinilla speciosa* Blume extract has large particles size which cause low bioavailability. Producing parijoto fruit to nanoparticles is needed to overcome the low bioavailability problem. Nanoparticles can be formed by ionic gelation and modified by ultrasonication method. The ultrasonication method is known to influence the particle size. This study aimed to make the best formula and characterization of nanoparticles of *Medinilla speciosa* Blume using ultrasonication method. The study began with making nano extract of *Medinilla speciosa* Blume with ionic gelation method. The nano extract size was reduced by using the ultrasonication method with the variation of time and frequency of ultrasonication. The characteristics of nanoparticles were optimized by using Factorial Design with responses such as

particle size, polydispersity index, and transmittance percentage (%T). Characterizations of nanoparticles of functional groups, particle morphology, and stability test were also done. Variations in time and frequency of ultrasonication affect the particle size, polydispersity index, and transmittance percentage (%T). Ultrasonication treatment for 60 minutes and 45Hz frequency are the best treatment with particle size 135.4 nm, polydispersity index 0.324, and transmittance percentage 99.788%, has the characteristics of functional groups OH, NH, CH, the morphological shape is round and different, but the cycling test affects the increase of particle size.

Keywords: *Medinilla speciosa* Blume, Ionic Gelation, Ultrasonication, Time, Frequency, Characterization

PENDAHULUAN

Parijoto (*Medinilla speciosa* Blume) merupakan salah satu tanaman khas dari Desa Colo, Kabupaten Kudus, Jawa Tengah yang tumbuh subur pada tanah berhumus tinggi dan lembab di lereng gunung atau hutan. Parijoto digunakan secara tradisional oleh masyarakat setempat sebagai antiradang, sariawan, dan antibakteri (Wibowo *et al.*, 2012). Hasil skrining fitokimia fraksi n-heksan, etil asetat dan etanol buah pari joto (*Medinilla speciosa* Blume) menyatakan bahwa pada fraksi etil asetat dan fraksi etanol mengandung senyawa flavonoid, tannin, dan saponin (Vifta & Advistasari, 2018).

Sebagian besar senyawa aktif yang terkandung pada ekstrak tanaman secara biologis bersifat polar atau larut dalam air. Namun, diabsorpsi kurang baik karena ukuran partikel yang besar. Ukuran partikel besar menyebabkan senyawa aktif yang terkandung dalam ekstrak tidak dapat terabsorpsi dengan difusi pasif atau karena kelarutannya dalam lipid kurang baik sehingga kemampuan dari senyawa untuk melewati membran yang kaya akan lipid terbatas. Hal ini dapat menyebabkan bioavailabilitas atau ketersediaan hayati yang kurang baik ketika digunakan secara oral maupun topical (Bhosale *et al.*, 2016). Salah satu upaya yang telah dikembangkan untuk mengatasi permasalahan absorpsi tersebut adalah melalui pembentukan nanopartikel.

Pembentukan nanopartikel membutuhkan suatu polimer, salah satunya adalah kitosan. Kitosan juga banyak digunakan sebagai penyalut obat dengan tujuan mengoptimisasi penyerapan obat pada sel target. Nanopartikel kitosan dapat dibuat dengan metode gelasi ionik, yaitu larutan kitosan disambung silang dengan penyambung silang polianion seperti NaTPP. Keuntungan dari metode gelasi ionik adalah prosesnya relatif sederhana dan mudah, serta menghindari temperatur tinggi (Rampino *et al.*, 2013). Nano ekstrak buah pari joto yang telah dibuat dapat dicecilkan lagi ukuran partikelnya untuk memaksimalkan absorpsinya. Salah satu cara untuk memperkecil ukuran partikel ialah dengan bantuan teknologi ultrasonikasi.

Sonikasi merupakan metode yang menggunakan energi suara untuk menggerakkan partikel yang berada dalam suatu sampel. Pada metode ultrasonikasi, pembentukan partikel dipengaruhi lama waktu pemaparan dan besar frekuensi ultrasonikasi. Pemaparan yang terlalu singkat menghasilkan ukuran partikel yang masih besar. Namun, pemaparan ultrasonikasi yang terlalu lama akan menyebabkan ukuran terlalu kecil yang nantinya akan cenderung beraglomerasi satu sama lain sehingga pada saat diukur dengan PSA terjadi peningkatan ukuran partikel (Aviana *et al.*, 2014). Keadaan ini juga berlaku pada frekuensi sonikasi apabila frekuensi yang diberikan terlalu kecil maupun terlalu besar.

Berdasarkan latar belakang tersebut, akan dilakukan penelitian pembuatan, karakterisasi nano ekstrak buah parijoto (*Medinilla speciosa* Blume) menggunakan metode ultrasonikasi dengan berbagai variasi waktu pemaparan selama 15 menit; 30 menit; 45 menit; 60 menit dan besar frekuensi ultrasonikasi 45Hz; 80Hz. Penelitian ini diharapkan mendapatkan karakterisasi meliputi ukuran dan distribusi partikel, nilai persen transmitan, dan morfologi nano ekstrak buah parijoto (*Medinilla speciosa* Blume) setelah diberikan perlakuan variasi waktu dan frekuensi ultrasonikasi.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan peralatan gelas standar, *rotary evaporator* (RE 100-Pro), *waterbath* (Mettler), neraca analitik OHAUS, *magnetic stirrer* Thermo Scientific Cimarec, satu set alat sentrifugasi PLC Series, *ultrasonic homogenizer* UP100H, spektrofotometer UV-Vis Shimadzu UV Mini 1240, *Particle Size Analyzer* Malvern, spektrofotometer *Fourier Transform InfraRed* PerkinElmer *Spectrum* 100, dan *Scanning Electron Microscopy* Phenom Pro-X. Bahan yang digunakan Buah parijoto, etanol 96%, serbuk kitosan, NaTPP (Brataco), asam asetat glasial p.a (Merck), aquabidest, Ikapharmindo Putra Mas.

Pembuatan Ekstrak Buah Parijoto

Ekstraksi dilakukan dengan metode maserasi menggunakan pelarut etanol 96% 6 liter (1:10). Serbuk simplisia ditimbang 600 gram, dimaserasi dengan 4,5L pelarut etanol selama 2 hari, setelah 2 hari filtrat dipisahkan, dan residu diremaserasi selama 1 hari dengan 1,5L etanol 96%. Ekstrak cair yang diperoleh dipekatkan menggunakan *rotary evaporator* sampai ekstrak menjadi kental.

Pembuatan Nano Ekstrak Buah Parijoto

Pembuatan nano ekstrak buah parijoto (*Medinilla speciosa* Blume) terenkapsulasi kitosan dilakukan dengan menimbang 100 mg ekstrak kemudian dilarutkan dalam etanol p.a sebanyak 35 mL dicampur dengan 15 mL aquabidest dalam gelas kimia. Ekstrak cair diambil 10 mL kemudian ditambahkan larutan kitosan sebanyak 50 mL dengan konsentrasi 0.2 % b/v. Langkah selanjutnya di *stirrer* dengan kecepatan 400 rpm selama 20 menit. Kemudian secara bertahap ke dalam campuran tersebut ditambahkan larutan NaTPP tetes demi tetes sebanyak 10 mL dengan konsentrasi 0.1 % b/v disertai pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 400 rpm selama 20 menit dengan perbandingan volume kitosan dan NaTPP terbaik 5:1 hingga terbentuk koloid nanopartikel. Koloid nano ekstrak etanol buah parijoto (*Medinilla speciosa* Blume) kemudian dilakukan sentrifugasi dengan kecepatan 3000 rpm selama 15 menit. Supernatan yang diperoleh berupa koloid nano ekstrak buah parijoto (*Medinilla speciosa* Blume).

Pemecahan Partikel Nanopartikel Buah Parijoto Menggunakan Teknologi Ultrasonikasi dengan Variasi Waktu Pemaparan Ultrasonikasi dan Variasi Frekuensi Ultrasonikasi.

Pemecahan partikel nano ekstrak buah parijoto (*Medinilla speciosa* Blume) menggunakan teknologi ultrasonikasi dengan variasi waktu pemaparan ultrasonikasi dan variasi frekuensi ultrasonikasi dilakukan dengan cara memasukkan cairan nano ekstrak buah parijoto (*Medinilla speciosa* Blume) terenkapsulasi kitosan ke dalam alat Ultrasonikasi. Kemudian dilakukan perlakuan ultrasonikasi dengan variasi waktu 15 menit, 30 menit, 45 menit, dan 60 menit. Serta dilakukan perlakuan ultrasonikasi dengan variasi frekuensi 45Hz, dan 80Hz. Hasil

dari ultrasonikasi kemudian dilakukan karakterisasi ukuran partikel, distribusi partikel (indeks polidispersitas), persen transmitan (Choiri *et al.*, 2016), serta dilihat morfologi partikel dan dilakukan uji stabilitas.

Karakterisasi Nanopartikel Buah Parijoto (*Medinilla speciosa* Blume) Ukuran dan Distribusi Partikel

Penentuan ukuran partikel dan distribusi partikel (indeks polidispersitas) dilakukan menggunakan alat Particle Size Analyzer (PSA) merk Malvern (Choiri *et al.*, 2016). Pada penentuan ukuran partikel, ukuran partikel dinyatakan dalam satuan nm (nanometer) dan indeks polidispersitas menunjukkan distribusi ukuran partikel dimana rentang indeks polidispersitas berada diantara 0 sampai dengan 1. Nilai indeks polidispersitas yang mendekati nol menunjukkan distribusi partikel yang homogen dan seragam sedangkan nilai indeks polidispersitas yang melebihi 0,5 menunjukkan partikel memiliki tingkat heterogenitas yang tinggi.

% Transmitan

Sebanyak 100 mL nanopartikel ekstrak buah parijoto ditambahkan aquabidest hingga volume akhir 10 mL (Priani dan Darusman, 2017). Homogenisasi dilakukan dengan bantuan *magnetic stirrer* selama 1 menit. Nanopartikel ekstrak buah parijoto kemudian diukur transmitannya menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 650 nm (Huda dan Wahyuningsih, 2016).

Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Fourier Transform Infrared dilakukan di Laboratorium Fisika Universitas Negeri Semarang pada formula terbaik nanopartikel buah parijoto (*Medinilla speciosa* Blume) untuk menentukan sifat kelompok fungsional terkait dan fitur struktural biologis ekstrak dengan partikel nano dengan jangkauan bilangan gelombang $4000-400\text{ cm}^{-1}$. Sampel nano ekstrak buah parijoto (*Medinilla speciosa* Blume) yang berbentuk cair diletakkan dalam kuvet yang dilapisi dengan zink selenium dengan jangkauan bilangan gelombang $4000-400\text{ cm}^{-1}$. Karakterisasi sampel nano ekstrak menggunakan FTIR bertujuan untuk mengidentifikasi kandungan gugus-gugus yang terdapat pada sampel nano ekstrak buah parijoto (*Medinilla speciosa* Blume) dibandingkan dengan hasil FTIR dari masing-masing bahan (Kitosan, NaTPP, ekstrak etanol). Satuan yang digunakan dalam *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) adalah satuan frekuensi (cm^{-1}).

Scanning Electron Microscopy (SEM)

Scanning Electron Microscopy dilakukan di Laboratorium Fisika, Universitas Negeri Semarang pada formula terbaik nanopartikel buah parijoto (*Medinilla speciosa* Blume) untuk melihat morfologi permukaan dan perkiraan ukuran nano ekstrak dengan perbesaran tertentu. Sampel nano ekstrak buah parijoto dalam bentuk cair diletakkan pada alat pembeku *thermal conducting system holder* hingga menjadi bentuk kristal kemudian dilakukan *scanning* pada tegangan 15 kv dengan perbesaran 5000 kali. Satuan yang digunakan dalam *Scanning Electron Microscopy* (SEM) ialah μm .

Uji Stabilitas *Cycling Test*

Uji stabilitas dilakukan di Laboratorium Teknologi Universitas Ngudi Waluyo pada nanopartikel ekstrak buah parijoto (*Medinilla speciosa* Blume) untuk melihat kestabilannya pada penyimpanan. Uji stabilitas pada penelitian ini menggunakan metode *cycling test*, dilakukan dengan menyimpan sediaan nanopartikel pada suhu $\pm 10^{\circ}\text{C}$ selama 24 jam kemudian dipindahkan pada suhu $\pm 40^{\circ}$ selama 24 jam (satu siklus). Pada penelitian ini dilakukan *cycling test* selama 5 siklus.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembuatan Ekstrak Buah Parijoto

Pembuatan ekstrak etanol dilakukan dengan metode maserasi dengan menyari 600 gram serbuk simplisia. Penyarian bertujuan untuk memisahkan senyawa pada simplisia. Cairan penyari akan menembus dinding sel sehingga zat aktif dapat larut ke dalam cairan penyari. Larutan dengan konsentrasi tinggi di dalam akan didesak keluar ke konsentrasi rendah, dan proses ekstraksi akan berhenti bila telah terjadi keseimbangan di dalam dan di luar sel. Hasil pembuatan ekstrak buah parijoto dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil Pembuatan Ekstrak Buah Parijoto

| Bobot serbuk (gram) | Bobot ekstrak (gram) | Rendemen ekstrak (%) | Karakteristik organolaptis | | |
|---------------------|----------------------|----------------------|----------------------------|--------|----------|
| | | | Bentuk | Warna | Bau |
| 600 | 62,88 | 10,48 | Kental | Coklat | Bau khas |

Pembuatan Nano Ekstrak Buah Parijoto

Pembuatan nanopartikel pada penelitian ini menggunakan metode gelasi ionik dengan bahan utama pembuatannya ialah kitosan dan Natrium Tripolifosfat (NaTPP). Penggunaan dari metode gelasi ionik ini selain karena proses yang sederhana, metode ini juga memiliki toksisitas yang rendah dan sedikit kemungkinan mengubah kimia obat yang akan dienkapsulasi (Mohammed *et al.*, 2017). Hasil karakterisasi nano ekstrak buah parijoto terenkapsulasi kitosan dapat dilihat pada Tabel 2.

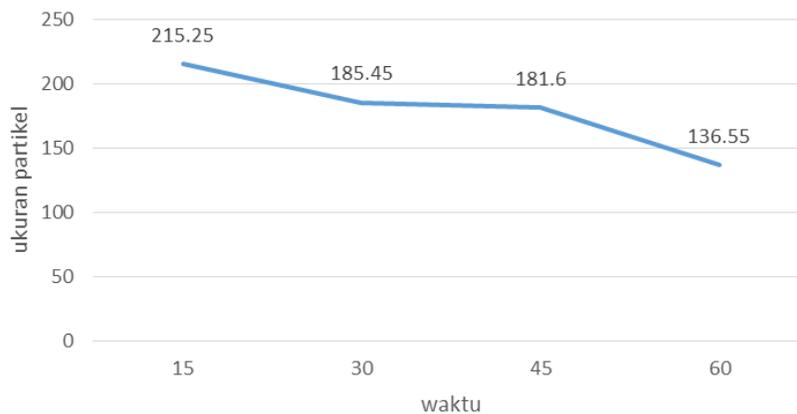
Tabel 2. Hasil Karakterisasi Nano Ekstrak Buah Parijoto Terenkapsulasi Kitosan

| Nama | Ukuran Partikel(nm) | PdI | % T |
|--------------|---------------------|-------|--------|
| Nano Ekstrak | 265.9 | 0.526 | 99.863 |

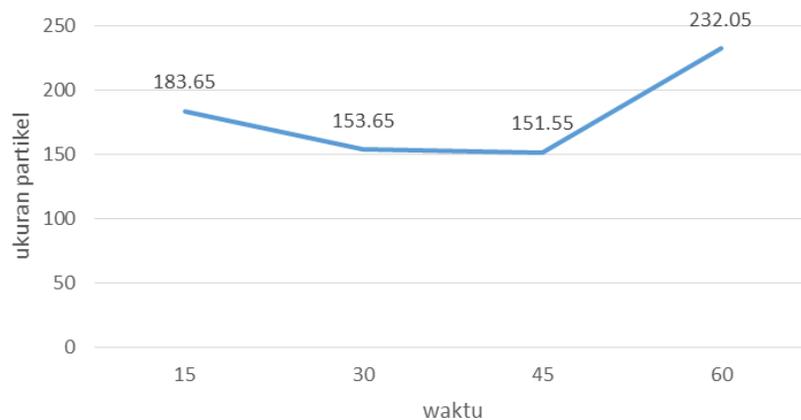
Hasil ukuran partikel pada pembuatan nano ekstrak buah parijoto yaitu 265.9 nm dan indeks polidispersi 0,526. Hasil ukuran partikel menunjukkan nanopartikel yang dibuat berhasil terbentuk dalam ukuran kecil dan telah memenuhi syarat, dimana partikel dikatakan berukuran nano bila berada pada rentang 10-1000 nm (Nagavarma *et al.*, 2012). Namun, ukuran partikel dan PdI tersebut masih cukup besar, sehingga dilakukan pemecahan nanopartikel dengan teknologi ultrasonikasi.

Pemecahan Partikel Nanopartikel Buah Parijoto Menggunakan Teknologi Ultrasonikasi dengan Variasi Waktu Pemaparan Ultrasonikasi dan Variasi Frekuensi Ultrasonikasi.

Ultrasonikasi merupakan aplikasi penggunaan energi suara untuk proses pengadukan partikel pada suatu sampel dengan tujuan bermacam-macam. Ultrasonikasi merupakan salah satu teknik paling efektif dalam pencampuran, proses reaksi, dan pemecahan bahan dengan bantuan energi tinggi (Pirrung, 2007). Pemecahan partikel dengan teknologi ultrasonikasi dilakukan untuk memperkecil ukuran nanopartikel. Variasi waktu dan besar frekuensi sangat diperlukan untuk menemukan perlakuan optimal yang dapat menghasilkan ukuran partikel terkecil. Hasil variasi waktu ultrasonikasi dan frekuensi ultrasonikasi dapat dilihat pada Gambar 1 dan Gambar 2.



Gambar 1. Grafik Rata-Rata Hasil Ultrasonikasi Frekuensi 45 Hz



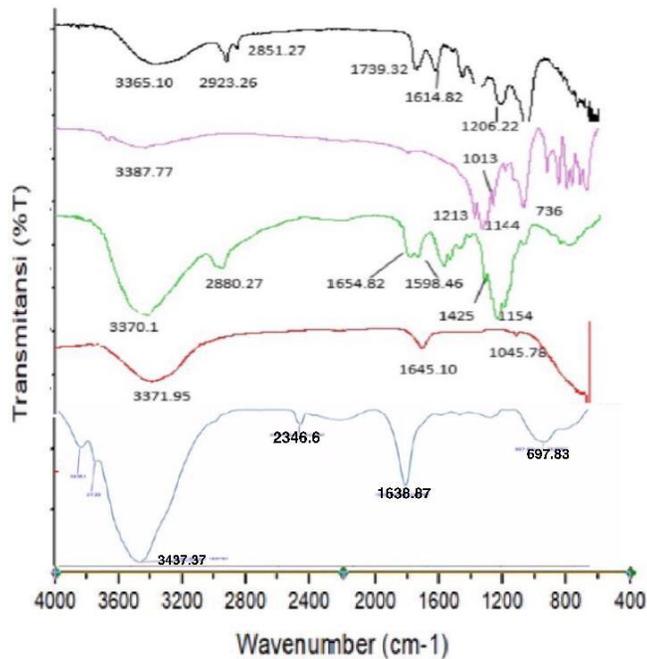
Gambar 2. Grafik Rata-Rata Hasil Ultrasonikasi Frekuensi 80 Hz

Grafik pada gambar 1 menunjukkan hasil ultrasonikasi pada frekuensi 45 Hz terdapat penurunan ukuran partikel pada setiap penambahan waktu ultrasonikasi. Sementara, pada grafik hasil ultrasonikasi pada frekuensi 80 Hz terdapat penurunan ukuran partikel pada waktu ultrasonikasi 15 dan 30 menit, namun selanjutnya terlihat adanya peningkatan ukuran pada menit 45 dan 60. Hal ini disebabkan karena partikel yang memiliki ukuran terlalu kecil akan cenderung

mengalami aglomerasi. Formula terbaik diperoleh pada perlakuan ultrasonikasi dengan waktu pemaparan 60 menit dan besar frekuensi 45Hz dengan hasil ukuran partikel terkecil yaitu 135.4 nm, indeks polidispersitas 0.324 dan nilai transmitan 99.788%.

Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Prinsip kerja FTIR berdasarkan pada serapan atau transmitan sinar infra merah oleh molekul penyusun suatu senyawa pada sampel. Apabila frekuensi dari suatu vibrasi gugus fungsi sama dengan frekuensi radiasi sinar infra merah maka molekul akan menyerap sinar tersebut. Hal ini menyebabkan tidak semua sinar infra merah diserap oleh molekul, sebagian lainnya diteruskan (Kencana, 2009). Data yang diperoleh berupa grafik serapan dan transmitan dari sampel. FTIR dilakukan pada formula terbaik dari hasil ultrasonikasi. Hasil FTIR dapat dilihat pada Gambar 3 dan Tabel 3.



Gambar 3. Grafik Hasil FTIR Ekstrak Etanol Buah Parijoto (hitam), Kitosan (hijau), NaTPP (ungu) dan Nano Ekstrak Buah Parijoto (merah) Nanopartikel Sonikasi(Biru)

Tabel 3. Bilangan Gelombang Gugus Fungsi Spesifik Ekstrak Etanol Buah Parijoto, Kitosan, NaTPP, Nano Ekstrak, dan Nanopartikel Sonikasi Bilangan Gelombang (cm⁻¹)

| Gugus Fungsi | Ekstrak Buah Parijoto | Kitosan | NaTPP | Nano Ekstrak Enkapsulasi Kitosan | Nanopartikel dengan Ultrasonikasi |
|-----------------|-----------------------|--------------|-------|----------------------------------|-----------------------------------|
| OH | 3365 | 3370 | 3387 | 3371 | 3437 |
| C-H ulur | 2923 | 2880 | - | - | - |
| C=O | 1739 | - | - | - | - |
| C-O | 1206 | 1154 | - | - | - |
| N-H | - | 1654 1598 | - | 1645 | 1638 |
| C-C | - | 1425 | - | - | - |
| P=O | - | - | 1213 | - | - |
| PO ₂ | - | - | 1144 | - | - |
| PO ₃ | - | - | 1013 | 1045 | - |
| P-O-P | - | - | 736 | - | - |
| C-H | 684 | - | - | - | 697 |

Sumber literatur: Coulthup *et al.*, 1975; Pavia *et al.*, 2008

Spektrofotometer *Infra Red* ekstrak etanol buah parijoto (*Medinilla speciosa* Reinw. ex Blume) menunjukkan adanya serapan-serapan pada bilangan gelombang yang merupakan karakter senyawa flavonoid. Serapan lemah pada daerah 3365 cm⁻¹ merupakan vibrasi -OH dari gugus hidroksil. Adanya serapan pada daerah 2923 cm⁻¹ merupakan vibrasi ulur C-H, serapan pada daerah 1739 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi C=O pada cincin fenol, serapan daerah 1206, 1046 cm⁻¹ merupakan serapan C-O pada cincin heterosiklik (Vifta dan Advistasari, 2018).

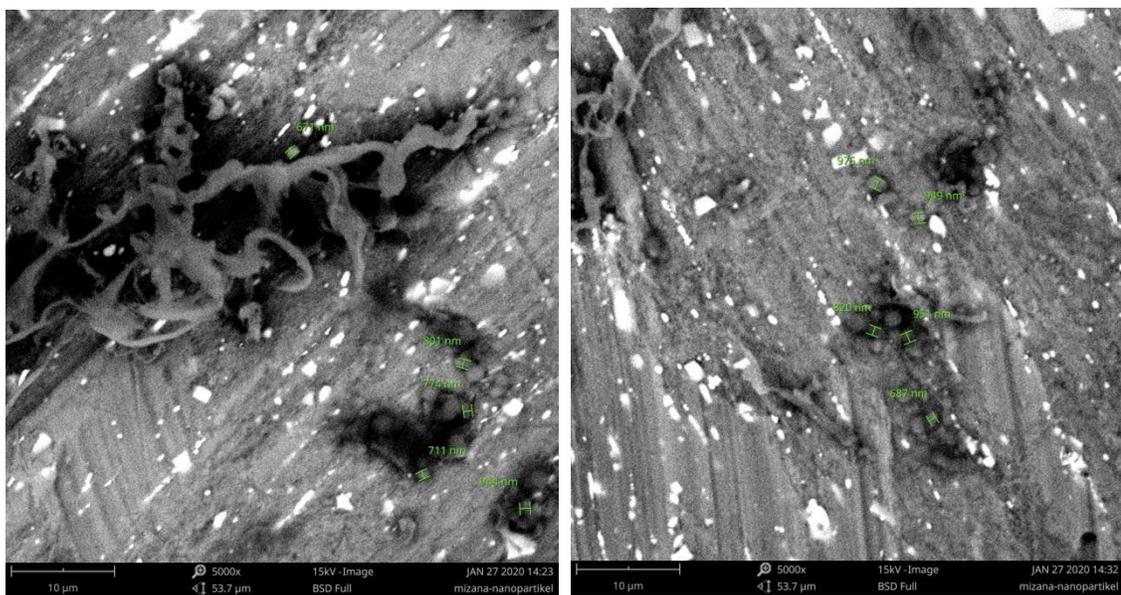
Gugus fungsi spesifik yang terdapat pada kitosan adalah gugus amina (NH₂) dan hidroksil (-OH) (Bhumkhar dan Pokharkar, 2006). Spektrum FTIR kitosan menunjukkan adanya gugus fungsi spesifik pada bilangan gelombang 3365 cm⁻¹ yang menunjukkan gugus fungsi ulur OH, pada bilangan gelombang 2880 cm⁻¹ menunjukkan adanya gugus fungsi C-H, bilangan gelombang 1654 cm⁻¹ dan 1598 cm⁻¹ menunjukkan adanya serapan kembar gugus fungsi N-H. Serapan pada bilangan gelombang 1097 cm⁻¹ menunjukkan serapan khas gugus C-O (Lusiana dan Pranotoningtyas, 2018). Gugus Fungsi yang khas dari NaTPP adalah gugus P=O pada bilangan gelombang 1213 cm⁻¹, gugus PO₂ pada bilangan gelombang 1144 cm⁻¹, gugus PO₃ pada bilangan gelombang 1013 cm⁻¹ dan gugus P-O-P pada bilangan gelombang 736 cm⁻¹

(Thomaz *et al.*, 2018). Selain itu terdapat serapan pada bilangan gelombang 3387 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus (-OH).

Grafik transmittansi hasil FTIR pada nano ekstrak buah pariijoto (*Medinilla speciosa* Blume) menunjukkan bahwa terjadi interaksi antara kitosan, NaTPP dan nano ekstrak buah pariijoto yang ditandai dengan bergesernya bilangan gelombang pada gugus (-OH) dari 3370 cm^{-1} (kitosan), 3387 cm^{-1} (NaTPP) dan 3365 cm^{-1} (ekstrak etanol buah pariijoto) menjadi 3371 pada nano ekstrak buah pariijoto dan menjadi 3437 pada nanopartikel dengan perlakuan ultrasonikasi (Putri *et al.*, 2018). Selanjutnya, pada serapan N-H juga mengalami pergeseran bilangan gelombang dari serapan kembar 1654 cm^{-1} dan 1598 cm^{-1} (kitosan) menjadi 1645 cm^{-1} pada nano ekstrak buah pariijoto dan menjadi 1638 pada nanopartikel dengan perlakuan ultrasonikasi. Pergeseran ini menunjukkan deformasi gugus N-H menjadi satu puncak karena terjadi proses taut silang (Lusiana dan Pranotoningtyas, 2018). Adanya peregangan gugus PO_3 pada bilangan gelombang 1045 cm^{-1} menunjukkan pembentukan ikatan silang antara gugus amino dari kitosan dengan gugus anionik pada NaTPP (Thomaz *et al.*, 2018). Perubahan frekuensi serapan gugus fungsi dipengaruhi akibat adanya reaksi tertentu sehingga kekuatan ikatan akan berubah (Kurniawati, 2014). Beberapa gugus yang hilang diantaranya adalah gugus C-H ulur, C-O, C=O, C-C, P=O, PO_2 , P-O-P. Pada perlakuan ultrasonikasi gugus yang hilang ialah P-O-P. Namun, terjadi peningkatan yang sangat besar terhadap gugus OH dan NH setelah dilakukan perlakuan ultrasonikasi.

Scanning Electron Microscopy (SEM)

Karakterisasi fisik partikel dilakukan dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) yang digunakan untuk mengamati morfologi dan menentukan ukuran partikel. Metode ini merupakan cara efisien untuk memperoleh gambar permukaan spesimen. Data yang diperoleh dari SEM berupa foto dua dimensi yang menampilkan permukaan spesimen dan ukuran partikel. Hasil morfologi nano ekstrak buah pariijoto (*Medinilla speciosa* Blume) berbentuk bulat yang merupakan karakterisasi morfologi nanopartikel terenkapsulasi kitosan. Hasil SEM pada formula terbaik nanopartikel dengan perlakuan ultrasonikasi dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Hasil *Scanning Electron Microscopy* Nano Ekstrak Buah Parijoto dengan Perbesaran 5000x

Uji Stabilitas *Cycling Test*

Cycling test merupakan uji stabilitas pada penelitian ini. *Cycling test* bertujuan untuk mengetahui kestabilan sediaan terhadap stress suhu yang bervariasi. Hasil uji *cycling test* yang dilakukan sebanyak 5 siklus dimana setiap siklus perlakuan yang diberikan ialah suhu 10°C selama 24 jam dan 40°C selama 24 jam. Berdasarkan uji *cycling test* pada formulasi optimal didapatkan hasil karakterisasi pada Tabel 4.

Tabel 4. Hasil Karakterisasi Sebelum dan Sesudah *Cycling Test*

| Karakterisasi | Sebelum | Sesudah |
|-----------------|---------|---------|
| Ukuran Partikel | 135.4 | 169 |
| PdI | 0.324 | 0,417 |
| % Transmittan | 99.788 | 99.686 |

Dapat dilihat pada Tabel 4 hasil *cycling test* pada penelitian ini menunjukkan adanya perubahan pada karakterisasi nano ekstrak buah parijoto pada saat sebelum dan sesudah *cycling test*. Dimana ukuran partikel menjadi lebih besar, nilai PdI meningkat, dan % transmittan mengalami penurunan. Hal ini menunjukkan bahwa adanya perlakuan suhu dapat mempengaruhi ukuran partikel dan PdI. Ketidakstabilan ini juga disebabkan karena bentuk sediaan yang cair, diketahui bahwa sediaan nanopartikel dalam bentuk cair memiliki stabilitas yang rendah (Abdelwahid, 2006). Keadaan stabilitas rendah ini menunjukkan dengan adanya perlakuan ultrasonikasi, walaupun ukuran partikel dan PdInya menjadi lebih kecil, tetapi tidak meningkatkan kestabilan dari sediaan. Tetapi, peningkatan ukuran partikel setelah dilakukan *cycling test* menunjukkan bahwa ukuran partikel tersebut masih di dalam rentang yang baik yaitu 169 nm, dengan nilai PdI yang masuk dalam rentang polidispersi, dan nilai persen transmittan masih mendekati nilai 100%.

KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa :

1. Besar frekuensi 45 Hz dan waktu pemaparan ultrasonikasi 60 menit merupakan perlakuan terbaik untuk memperoleh formula terbaik nanopartikel buah parijoto (*Medinilla speciosa* Blume) dengan metode ultrasonikasi.
2. Karakteristik nanopartikel buah parijoto (*Medinilla speciosa* Blume) terenkapsulasi kitosan dan metode ultrasonikasi merupakan koloid berwarna jernih, transparan dan berbau khas dengan ukuran partikel 135.4, indeks polidispersitas 0.324, nilai persen transmittan 99.677%, mempunyai karakteristik gugus fungsi OH, NH, CH serta mempunyai karakteristik morfologi berbentuk bulat dan tidak seragam.

Saran

1. Perlu dilakukan uji stabilitas lebih lanjut untuk mengetahui kestabilan sediaan nanopartikel buah pariijto (*Medinilla speciosa* Blume) yang telah di *freeze dry*.
2. Perlu dilakukan uji efisiensi penyerapan untuk mengetahui jumlah ekstrak buah pariijoto (*Medinilla speciosa* Blume) yang terjerap dalam nanopartikel kitosan-tripolifosfat dengan metode ultrasonikasi.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdelwahid, W. Degobert, G. Stainmesse, S. Fessi, H. 2006. Freeze-drying of Nanoparticles Formulation, Process and Storage Considerations. *Advanced Drug Delivery*, 58 (2006) 1688-1713.
- Aviana T, Hutajulu T.F., & Isyanti M. 2015. Pembuatan Nano-Karotenoid Asal Konsentrat Minyak Sawit dengan Cara Sonikasi. *Jurnal Dinamika Penelitian Industri*, 26(1), 11-18.
- Bhosale, A.P., Patil, A. dan Swami, M., 2015. Herbosomes as a Novel Drug Delivery System for Absorption Enhancement. *World J Pharmacy Pharmaceut Sci*, 5, pp. 345-355.
- Bhumkar, D. R. dan Pokharkar, V. B., 2006. Studies on Effect of pH on *Cross-linking* of Chitosan with Sodium Tripolyphosphate : a Technical Note. *Aaps Pharmscitech*, 7(2), pp.E138-E143.
- Choiri, Z., Ronny M., Nanung D.D., dan Zuprizal., 2016. Biosintesis dan Karakterisasi Nano-Enkapsulasi Ekstrak Buah Mengkudu (*Morinda citrifolia*) dengan Kitosan-Sodium Tripolifosfat Sebagai Kandidat Antioksidan Alami. *Prosiding Simposium Nasional penelitian dan Pengembangan Peternakan Tropik*. Yogyakarta: UGM. pp: 22-28.
- Kencana AL. 2009. Perlakuan Sonikasi Terhadap Kitosan: Viskositas dan Bobot Molekul. *Skripsi*. Bogor: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Pertanian Bogor.
- Lusiana, R. A., dan Pranotoningtyas, W. P., 2018. Membran Kitosan Termodifikasi Tripolifosfat-Heparin. *Analytical and Enviromental Chemistry*, 3(01), pp. 11–21.
- Mohammed, M., Syeda, J., Wasan, K. dan Wasan, E., 2017. An Overview of Chitosan Nanoparticles and Its Application in Non-Parenteral Drug Delivery. *Pharmaceutics*, 9(4), p.53.
- Nagavarma, B. V. ., Yadav, H. K. S., Ayaz, A., Vasudha, L. S., dan Shivakumar, H. G. (2012). Different Techniques For Preparation Of Polymeric Nanoparticles- A Review. *Asian Journal of Pharmaceutical and Clinical Research*, 5(SUPPL. 3), 16–23.
- Pirrung MC. 2007. *The Synthetic Organic Chemist's Companion*. New Jersey: John Wiley & Sons Inc.

- Priani S.E., Humanisya H. and Darusman F., 2012. Development of Sunscreen Emulgel Containing *Cinamomum Burmannii* Stem Bark Extract, *International Journal Of Science and Research (IJSR)* Desember, 12(3) : 2338-2339
- Rampino A, Borgogna M, Blasi P, Bellich B, Cesàro A., 2013. Chitosan Nanoparticles: Preparation, Size Evolution and Stability. *International Journal of Pharmaceutics*, 455 : 219-228.
- Vifta, R.L. dan Advistasari, Y.D., 2018. Skrining Fitokimia, Karakterisasi, dan Penentuan Kadar Flavonoid Total Ekstrak dan Fraksi-Fraksi Buah Parijoto (*Medinilla speciosa* B.) In *Prosiding Seminar Nasional Unimus* Vol.1, pp. 8-14.
- Wibowo, H.A, Wasino, W. dan Setyowati, D.L., 2012. Kearifan Lokal Dalam Menjaga Lingkungan Hidup (Studi Kasus Masyarakat di Desa Colo Kecamatan Dawe Kabupaten Kudus). *Journal of Education Social Studies*, 1(1).