

**KARAKTERISASI NANOPARTIKEL EKSTRAK BEKATUL PADA
BERBAGAI VARIASI KOMPOSISI KITOSAN DENGAN METODE
GELASI IONIK**

SKRIPSI

**Oleh:
AINI HALIMIYAH
NIM. 17630114**



**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2023**

**KARAKTERISASI NANOPARTIKEL EKSTRAK BEKATUL PADA
BERBAGAI VARIASI KOMPOSISI KITOSAN DENGAN METODE
GELASI IONIK**

SKRIPSI

**Oleh:
AINI HALIMIYAH
NIM. 17630114**

**Diajukan Kepada:
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)**

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2023**

**KARAKTERISASI NANOPARTIKEL EKSTRAK BEKATUL PADA
BERBAGAI VARIASI KOMPOSISI KITOSAN DENGAN METODE
GELASI IONIK**

SKRIPSI

**Oleh:
AINI HALIMIYAH
NIM. 17630114**

**Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 22 Desember 2023**

Pembimbing I


**Dr. Akyunul Jannah, S.Si. M.P
NIP. 19750410 200501 2 009**

Pembimbing II


**Dr. M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I
NIPT. 201402011409**

**Mengetahui,
Ketua Program Studi**


**Rachmawati Ningsih, M.Si
NIP. 19810811 200801 2 010**

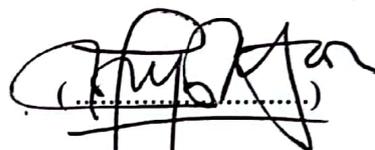
**KARAKTERISASI NANOPARTIKEL EKSTRAK BEKATUL PADA
BERBAGAI VARIASI KOMPOSISI KITOSAN DENGAN METODE
GELASI IONIK**

SKRIPSI

**Oleh:
AINI HALIMIYAH
NIM. 17630114**

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 22 Desember 2023**

**Penguji Utama : Dr. Anton Prasetyo, M.Si
NIP. 19770925 200604 1 003**



**Ketua Penguji : Fadilah Nor Laili L., M.Biotech
LB. 63033**



**Sekretaris Penguji : Dr. Akyunul Jannah, S.Si. M.P
NIP. 19750410 200501 2 009**



**Anggota Penguji : Dr. M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I
NIPT. 201402011409**



**Mengesahkan,
Ketua Program Studi**



**Rachmawati Angsli, M.Si
NIP. 19810811 200801 2 010**

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Aini Halimiyah
NIM : 17630114
Fakultas/Jurusan : Sains dan Teknologi/Kimia
Judul Penelitian : Karakterisasi Nanopartikel Ekstrak Bekatul pada Berbagai Variasi Komposisi Kitosan dengan Metode Gelasi Ionik

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa hasil penelitian saya ini tidak terdapat unsur-unsur penjiplakan karya penelitian atau karya ilmiah yang pernah dilakukan atau dibuat oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis dikutip dalam naskah ini dan disebutkan dalam sumber kutipan dan daftar pustaka. Apabila ternyata hasil penelitian ini terbukti terdapat unsur-unsur jiplakan, maka saya bersedia untuk mempertanggung jawabkan, serta diproses sesuai peraturan yang berlaku.

Malang, 22 Desember 2023
Yang membuat Pernyataan,



Aini Halimiyah
NIM. 17630114

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah rabbil ‘alamiin

Puji syukur tak terhingga senantiasa dipanjatkan kepada Allah SWT atas segala kuasa-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini, yang berjudul **“Karakterisasi Nanopartikel Ekstrak Bekatul pada Berbagai Variasi Komposisi Kitosan dengan Metode Gelasi Ionik”**. Skripsi ini dipersembahkan untuk orang-orang hebat yang telah membantu penulis dalam menyelesaikan tugas akhir ini serta selalu sabar menunggu kabar kelulusan saya, khususnya untuk kedua orang tua saya yang tercinta.

Bapak Misnadi dan Ibu Herniyah

Sebagai tanda terimakasih yang tidak terhingga, saya persembahkan hasil karya ini kepada beliau orang tua tercinta, atas perantara do’a beliau penulis bisa sampai di titik ini. Terimakasih atas segala dukungan baik berupa moral dan material, nasehat dan motivasi, serta doa bapak ibu. Semoga Allah yang membalas semua kebaikan selama ini, semoga dengan karya penulis ini bisa membahagiakan bapak ibu baik di dunia dan akhirat. Semoga senantiasa diberi kesehatan

Adik ‘Iesyatur Rodliyah dan segenap keluarga besar

Terimakasih telah menjadi alasan saya untuk selalu memperjuangkan semuanya agar bisa membuat mereka bangga dan bahagia memiliki sosok seperti saya, terimakasih atas segala do’a dan harapan baik untuk saya

Ibu Akyunul Jannah, S.Si., M.P, Bapak Dr. M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I, selaku dosen pembimbing, dan Ibu Armeida Dwi Ridhowati Madjid, M.Si selaku dosen wali. Beliau selaku pembimbing yang selalu sabar, dan tidak pernah bosan untuk membimbing dan memotivasi, serta memberi arahan. Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si dan Ibu Fadilah Nor Laili Lutfia, M.Biotech selaku penguji yang telah menyempurnakan isi skripsi ini. Semoga semua kebaikan bapak dan ibu dibalas berlipat ganda oleh Allah Swt.

Seluruh Teman-teman Kimia dan Sahabat yang saya jumpai saat proses penulisan skripsi

Terimakasih banyak sudah mendukung dan senantiasa bersedia untuk direpotkan, terimakasih sudah memberikan kepercayaan bahwa saya bisa melalui semuanya, terimakasih sudah meyakinkan saya untuk tetap fokus pada tujuan utama walau seberat apapun jalannya. Semoga hal baik selalu mengiringi kalian, semoga kita sama-sama sukses suatu saat nanti dan akan bertemu dengan cerita bahagia masing-masing. Aamiin

Untuk “Aini Halimiyah” sosok yang selalu ragu dengan kemampuannya

Terimakasih sudah sabar dan kuat berjuang sehingga dapat melalui semua hal walau dihadapkan dengan berbagai rintangan. Semoga bisa menjadi pribadi lebih baik kedepannya serta senantiasa menghargai diri sendiri maupun orang lain.

MOTTO

Setiap orang ada masanya, setiap masa ada orangnya,
dan setia orang punya ceritanya

لَا يُكَلِّفُ اللَّهُ نَفْسًا إِلَّا وُسْعَهَا

Allah tidak membebani seseorang, kecuali menurut kesanggupannya....(Q.S. Al-Baqoroh: 286)

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahill'abill'alamin, puji syukur yang senantiasa kami panjatkan kehadirat Allah Swt. karena berkat rahmat, karunia, taufik serta hidayah-Nya, sehingga penulis mampu menyelesaikan proposal skripsi. Selawat serta salam senantiasa tercurahkan kepada junjungan kita, Nabi Muhammad saw. yang telah membimbing kita ke jalan yang benar, yaitu jalan yang diridhai Allah Swt. Proposal Skripsi yang berjudul "**Karakterisasi Nanopartikel Ekstrak Bekatul Pada Berbagai Variasi Komposisi Kitosan Dengan Metode Gelasi Ionik**"

Skripsi merupakan salah satu tugas akhir studi yang harus ditempuh sebagai syarat menyelesaikan program S-1 (Strata-1) di Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Penyusunan proposal skripsi ini menyadari bahwa selama berlangsung penelitian, penyusunan sampai pada tahap penyelesaian proposal skripsi ini, tak terlepas dan bantuan dan kerjasama berbagai pihak. Oleh karena itu penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak, ibu, adik, serta keluarga besar penulis yang senantiasa mendukung baik dari segi waktu, materi dan tenaga serta memberikan doa terbaik untuk penulis
2. Bapak Prof. Dr. M. Zainuddin, M.A, selaku Rektor UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Dr. Sri Harini, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku Ketua Program studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
5. Ibu Dr. Akyunul Jannah, S.Si M.P, selaku dosen pembimbing skripsi yang telah memberikan bimbingan, pengarahan dan nasehat kepada penyusun dalam menyelesaikan proposal skripsi dengan baik.
6. Bapak Dr. M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I, selaku dosen agama yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasehat kepada penyusun dalam menyelesaikan proposal skripsi.
7. Keluarga besar penulis yang telah memberikan dukungan serta do'a.
8. Seluruh dosen Kimia UIN Malana Malik Ibrahim Malang yang telah mengalirkan ilmu, pengetahuan, pengalaman, wacana, dan wawasannya

sebagai pedoman dan bekal bagi penyusun guna menyelesaikan skripsi. Teriring do'a dan harapan semoga apa yang telah mereka berikan kepada penyusun mendapatkan balasan yang baik dari Allah SWT. Aamiin.

9. Seluruh teman-teman kuliah yang turut memberikan kontribusi secara langsung maupun tidak langsung.

Dengan menyadari atas terbatasnya ilmu yang dimiliki penyusun, Proposal Penelitian ini tentu jauh dari kata sempurna, untuk itu penyusun dengan senang hati mengharapkan kritik dan saran untuk perbaikan dalam penyusunan selanjutnya. Terlepas dari segala kekurangan, semoga penelitian ini dapat memberikan informasi dan kontribusi positif serta bermanfaat bagi kita semua.

Malang, 22 Desember 2023

Penyusun

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
MOTTO	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
ABSTRAK	xv
ABSTRACT	xvi
مستخلص البحث	xvii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	6
1.3 Tujuan Penelitian.....	7
1.4 Batasan Penelitian	7
1.5 Manfaat Penelitian.....	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	8
2.1 Peran Padi dalam Perspektif al-Qur'an	8
2.2 Bekatul.....	9
2.3 Ekstraksi Ultrasonik	12
2.4 Nanopartikel	16
2.5 Kitosan (CS)	22
2.6 Natrium Tripolifosfat (NaTPP)	25
2.7 Pembuatan Nanopartikel Metode Gelasi Ionik	27
2.8 Senyawa Aktif	28
2.9 <i>Particle Size Analyzer</i> (PSA)	29
2.10 Fourier Transform Infra Red (FTIR).....	31
BAB III METODOLOGI	33
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	33
3.2 Alat dan Bahan	33
3.2.1 Alat	33
3.2.2 Bahan	33
3.3 Rancangan Penelitian	33

3.4 Tahapan Penelitian	34
3.5 Pelaksanaan Penelitian	34
3.5.1 Preparasi Sampel	34
3.5.2 Penentuan Kadar Air Secara Thermogravimetri.....	35
3.5.3 Ekstaksi Ultrasonik Bekatul	35
3.5.4 Analisis Kadar Fenol Total Ekstrak Bekatul	36
3.5.5 Pembuatan Larutan Pereaksi.....	37
3.5.5.1 Pembuatan Larutan Kitosan 0,08%	37
3.5.5.2 Pembuatan Larutan Kitosan 0,10%	37
3.5.5.3 Pembuatan Larutan Kitosan 0,12%	37
3.5.5.4 Pembuatan Larutan NaTPP 0,01%	37
3.5.6 Pembuatan Nanopartikel Ekstrak Etanol Bekatul (<i>Rice bran</i>)	37
3.5.7 Analisis Kadar Fenol Total Ekstrak Bekatul	38
3.5.8 Karakterisasi Nanopartikel Ekstrak Etanol Bekatul (<i>Rice bran</i>).....	39
3.5.8.1 Karakterisasi Distribusi Ukuran Partikel.....	39
3.5.8.2 Karakterisasi Gugus Fungsi.....	39
3.5.9 Analisis Data.....	40
3.5.9.1 Analisis PSA.....	40
3.5.9.2 Analisis FTIR	40
BAB IV PEMBAHASAN.....	41
4.1 Preparasi Sampel	41
4.2 Hasil Analisis Kadar Air	42
4.3 Hasil Ekstraksi Bekatul	43
4.4 Pembuatan Nanopartikel Ekstrak Bekatul.....	45
4.5 Hasil Analisis Kadar Fenol.....	49
4.5.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Standar Asam Galat.....	49
4.5.2 Pengukuran Kurva Kalibrasi	50
4.5.3 Hasil Penentuan Kadar Total Fenol (KTF) Ekstrak Bekatul dan Nanopartikel Ekstrak Bekatul dalam Beberapa Variasi Konsentrasi Kitosan	51
4.6 Hasil Analisis <i>Particle Size Analyzer</i> (PSA) Senyawa Nanopartikel Ekstrak Bekatul	54
4.7 Hasil Analisis FTIR.....	58
4.8 Bekatul dan Nanopartikel dalam Perspektif al-Qur'an	61
BAB V PENUTUP	65
5.1 Kesimpulan.....	65
5.2 Saran	65
DAFTAR PUSTAKA	66
LAMPIRAN.....	79

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Komposisi kimia bekatul beras putih.....	12
Tabel 2.2 Hasil ekstraksi ultrasonik dengan pelarut etanol.....	15
Tabel 2.3 Spesifikasi kitosan.....	23
Tabel 2.4 Sifat biologis dan kimiawi dari kitosan.....	24
Tabel 3.1 Perbandingan konsentrasi kitosan dan NaTPP.....	38
Tabel 4.1 Kadar fenol pada ekstrak bekatul dan nanopartikel.....	52
Tabel 4.2 Hasil pengukuran PSA nanopartikel.....	55
Tabel 4.3 Intepretasi spektra IR.....	60

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Skema morfologi gabah kering	10
Gambar 2.2 Peralatan proses ekstraksi ultrasonik.....	15
Gambar 2.3 Struktur kimia kitosan	22
Gambar 2.4 Struktur Natrium Tripolifosfat	25
Gambar 2.5 Skema pembuatan nanopartikel dengan metode gelasi ionik	28
Gambar 4.1 Reaksi umum hidrolisis oleh enzim lipase	41
Gambar 4.2 Sampel bekatul setelah distabilisasi	42
Gambar 4.3 Ekstrak bekatul beras putih	45
Gambar 4.4 Reaksi NaTPP dan kitosan	47
Gambar 4.5 Nanopartikel ekstrak bekatul.....	49
Gambar 4.6 Kurva standar asam galat.	50
Gambar 4.7 Perbedaan warna setiap konsentrasi asam galat 1 ppm (A), 2 ppm (B), 3 ppm (C), 4 ppm (D), 5 ppm (E), dan 6 ppm (F)	52
Gambar 4.8 Hasil FTIR nanopartikel, ekstrak, kitosan, dan NaTPP	59

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian	79
Lampiran 2. Diagram Alir.....	80
Lampiran 3. Perhitungan.....	85
Lampiran 4. Hasil Analisis PSA	88
Lampiran 5. Hasil FTIR	91
Lampiran 6. Hasil UV-Vis	93
Lampiran 7. Dokumentasi.....	98

ABSTRAK

Halimiyah, Aini. 2023. **Karakterisasi Nanopartikel Ekstrak Bekatul pada Berbagai Variasi Komposisi Kitosan dengan Metode Gelasi Ionik.** Penelitian. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Dr. Akyunul Jannah, S.Si M.P; Pembimbing II: Dr. M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I

Kata kunci: Bekatul, Nanopartikel, NaTPP, dan Kitosan

Bekatul adalah hasil penggilingan padi menjadi beras. Bekatul memiliki kandungan senyawa aktif seperti fenolik yang dapat dimanfaatkan sebagai antikanker, antibakteri, dan antioksidan. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh rasio konsentrasi kitosan pada produk nanopartikel ekstrak bekatul yang dihasilkan.

Pembuatan nanopartikel ekstrak bekatul dilakukan dengan metode gelasi ionik menggunakan polimer kitosan termodifikasi NaTPP. Ekstrak bekatul diperoleh dari proses ekstraksi ultrasonik dan diuapkan dengan *rotary evaporator* hingga terbentuk ekstrak kental. Ekstrak bekatul dicampurkan dengan aquades, kitosan dan NaTPP untuk membentuk nanopartikel dengan bantuan *magnetic stirrer*, untuk mendapatkan serbuk nanopartikel perlu dilakukan proses *freeze drying*. Nanopartikel yang terbentuk ditentukan kadar fenolnya dan dikarakterisasi menggunakan *Particle Size Analyzer (PSA)*, dan *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*.

Hasil penelitian menunjukkan kadar fenol tertinggi dari nanopartikel ekstrak bekatul adalah pada konsentrasi kitosan 0,10% yaitu 1790 nm GAE/gr. Hasil PSA diperoleh ukuran nanopartikel ekstrak bekatul terbaik berdasarkan ukuran terkecil adalah pada konsentrasi kitosan 0,12% yaitu 20,29 nm. Hasil FTIR menunjukkan adanya pergeseran gugus fungsi pada produk nanopartikel yang menandakan adanya interaksi antara ekstrak bekatul, NaTPP, dan kitosan.

ABSTRACT

Halimiyah, Aini. 2023. **Characterization of *Rice bran* Extract Nanoparticles in Various Variations of Chitosan Composition Using the Ionic Gelation Method**. Study. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology. Maulana Malik Ibrahim State Islamic University Malang. Supervisor I: Dr. Akyunul Jannah, S.Si M.P; Supervisor II: Dr. M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I

Key words: *Rice bran*, Nanoparticles, NaTPP, and Chitosan

Rice bran is the result of milling rice into rice. *Rice bran* contains active compounds such as phenolics which can be used as anticancer, antibacterial and antioxidant. This research was conducted to determine the effect of a chitosan concentration in the *rice bran* extract nanoparticle product produced.

Rice bran extract nanoparticles were made using the ionic gelation method using NaTPP modified chitosan polymer. *Rice bran* extract is obtained from an ultrasonic extraction process and evaporated using a *rotary evaporator* until a thick extract is formed. *Rice bran* extract is mixed with distilled water, chitosan and NaTPP to form nanoparticles with the help of a *magnetic stirrer*, to obtain nanoparticle powder, a freeze drying process needs to be carried out. The phenol content of the nanoparticles formed was determined and characterized using a Particle Size Analyzer (PSA) and Fourier Transform Infrared (FTIR).

The research results showed that the highest phenol content of *rice bran* extract nanoparticles was at 0.10% chitosan concentration, namely 1790 nm GAE/gr. The PSA results obtained the best size of rice bran extract nanoparticles based on the smallest size at a chitosan concentration of 0.12%, namely 20.29 nm. FTIR results showed a shift in functional groups in the nanoparticle product, which indicated an interaction between *rice bran* extract, NaTPP, and chitosan.

مستخلص البحث

حليمية، عيني. ٢٠٢٣. توصيف الجسيمات النانوية لمستخلص نخالة الأرز في اختلافات مختلفة من تكوين سيتوزان باستخدام طريقة التلقيح الأيوني. البحث. قسم الكيمياء كلية العلوم والتكنولوجيا جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة ١: د. أعين الجنة، المشرف ٢: د. محمد مخلص فخر الدين.

الكلمات المفتاحية: نخالة الأرز، الجسيمات النانوية، NaTPP، السيتوزان

كانت نخالة الأرز هي نتيجة طحن التمن إلى الأرز. تحتوي فيها مركبات نشطة مثل الفينولات التي يمكن استخدامها كمضادات للسرطان ومضادات للبكتيريا ومضادات للأكسدة. تم إجراء هذا البحث لتعريف تأثير نسبة تركيز السيتوزان البالغة ٠,٨% : ٠,١٠% و ٠,١٢% في منتج الجسيمات النانوية المستخلصة من نخالة الأرز تم صنع الجسيمات النانوية المستخلصة من نخالة الأرز باستخدام طريقة التلقيح الأيوني من خلال بوليمر السيتوزان المعدل NaTPP. يتم الحصول على مستخلص نخالة الأرز من عملية استخراج بالموجات فوق الصوتية ويتبخر باستخدام مبخر دوار حتى يتشكل مستخلص سميك. وخلط مستخلص نخالة الأرز مع الماء المقطر والسيتوزان و NaTPP لتشكيل جسيمات نانوية بمساعدة مقلب مغناطيسي. تم تحديد محتوى الفينول للجسيمات النانوية المتكونة ووصفها باستخدام محلل حجم الجسيمات (PSA) وتحويل فورييه للأشعة تحت الحمراء (FTIR). أظهرت نتائج البحث أن أعلى محتوى الفينول من الجسيمات النانوية لمستخلص نخالة الأرز كان عند تركيز الكيتوزان ٠,١٠%، أي ١٧٩٠ نانومتر GAE/جرام. حصلت نتائج PSA على أفضل حجم لجزيئات مستخلص نخالة الأرز النانوية على أساس أصغر حجم عند تركيز الكيتوزان ٠,١٢% أي ٢٠,٢٩ نانومتر. تظهر نتائج FTIR تحولا في المجموعات الوظيفية في منتج الجسيمات النانوية، مما يشير إلى وجود تفاعل بين مستخلص نخالة الأرز، و NaTPP، والشيتوزان.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Bekatul (*rice bran*) merupakan produk samping yang terlepas menjadi serbuk pada proses penggilingan padi menjadi beras (Bintanah, dkk., 2014). Proses penggilingan padi menjadi beras tersebut menghasilkan bekatul sekitar 8- 12%, jika dirata-rata produksi bekatul dari proses penggilingan padi di Indonesia sendiri mencapai 4-6 juta ton pertahun (Chanphrom, 2007). Jumlah produksi ini sangat melimpah, namun pemanfaatan bekatul dikalangan masyarakat sangat kurang. Masyarakat menilai bekatul hanya sebagai limbah yang memiliki bau tidak sedap dan apek sehingga dirasa kurang bermanfaat dan hanya digunakan untuk pakan ternak dengan mutu rendah (Adli & Sjojfan, 2020). Sangat disayangkan jika bekatul hanya digunakan sebagai pakan ternak dan bahan bakar tungku penyulingan karena di dalam ampas tersebut masih mengandung banyak senyawa yang bisa diambil dan dimanfaatkan.

Allah SWT tidak menciptakan segala sesuatu di muka bumi tanpa ada sebab dan manfaatnya masing-masing. Berbagai jenis tumbuhan memiliki manfaat baik dalam bidang pengobatan, pangan dan lain sebagainya. Semua manfaat dan kenikmatan tersebut di ciptakan Allah SWT untuk setiap makhluk Nya. Sebagaimana Allah SWT berfirman dalam al-Qur'an surat Ali Imron ayat 190- 191:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمُوتِ وَالْأَرْضِ وَالْخِتْلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَبْصَارِ ﴿١٩٠﴾ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا
وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمُوتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَاطِلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ

Artinya: *“Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal. (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): “Ya Tuhan kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha Suci Engkau, maka peliharalah kami dari siksa neraka” (QS. Ali Imran: 190-191).*

Melalui ayat kauniyah ini, Allah menguraikan penciptaan-Nya dan memerintahkan agar memikirkannya (Sofia, 2020). Allah merupakan satu-satunya Dzat Maha Kaya-Nya, sedangkan hamba-Nya justru sangat membutuhkan-Nya. Hanya Allah lah yang mampu menciptakan alam semesta dan segala isinya dengan segala kenikmatan dan manfaatnya sekaligus mengatur segala urusan makhluk di dalamnya. Namun hal ini tidak dapat dipahami kecuali hanya orang-orang berakal sempurna dan logika yang sehat, yang disebut sebagai ulul albab. Sebagai makhluk Allah SWT yang diciptakan memiliki akal serta ditakdirkan menjadi khalifah di bumi, manusia harus menjalankan tugasnya dalam berfikir dan mengembangkan diri dalam berbagai bidang pengetahuan serta memanfaatkan segala hal yang ada di bumi. Hal ini dapat dilakukan dengan mempelajari hal baru dan menganalisis manfaat dari tumbuhan selain penggunaannya yang telah diketahui untuk tujuan mengembangkan ilmu pengetahuan dan menambah rasa syukur kepada sang pencipta.

Menurut Chan, dkk. (2013), bekatul memiliki kandungan senyawa saponin stereoidal, dan senyawa fenolik. Berdasarkan penelitian Chanphrom (2007) menunjukkan bahwa pada lapisan aleuron, endosperm dan embrio pada bekatul kaya komponen tokoferol, γ -oryzanol dan β -karoten. Bekatul memiliki kandungan protein 11-17%, minyak 12-22%, serat 6-14%, abu 8-17%, kelembaban 10-15%, mineral, vitamin dan komponen fenolik. Vitamin didalam bekatul antara lain,

vitamin E, thiamin, niacin, dan mineral antara lain aluminium, kalsium, magnesium, besi, dan klorin (Alimuddin, 2017). Melimpahnya kandungan nutrisi bekatul membuatnya memiliki potensi sebagai antikanker, antibakteri (Jannah, dkk., 2020), antivirus, antidiabet, antioksidan, dan pengaturan imun (Sholeha, 2019). Potensi-potensi tersebut diduga dapat ditingkatkan dengan modifikasi teknologi sediaan nanopartikel (Wijaya, dkk., 2014).

Nanopartikel adalah teknik penyalutan (enkapsulasi) suatu bahan yang mempunyai ukuran sangat kecil, dengan diameter rata-rata 1-100 nm (Masykuroh & Heny, 2022). Nanopartikel memiliki kelebihan pada sistem penghantaran zat aktif, memberikan hasil bahwa partikel pada skala sangat kecil memiliki sifat fisik yang khas dibandingkan partikel pada ukuran yang lebih besar terutama dalam meningkatkan kualitas penghantaran senyawa aktif (Martien, dkk., 2012), meningkatkan kelarutan senyawa, meningkatkan penyerapan serta mengurangi dosis pengobatan (Rismana, dkk., 2014). Proses enkapsulasi dengan nanopartikel dapat memudahkan ekstrak tersebar kedalam darah. Enkapsulasi penting dilakukan agar ekstrak berukuran nano dapat berperan sebagai pengantaran obat kedalam sel tubuh melalui suatu kapiler (Yih, dkk., 2006).

Metode yang sering digunakan dalam pembentukan nanopartikel adalah gelasi ionik. Metode ini merupakan proses sambung silang antara polielektrolit dengan pasangan ion multivalennya sehingga menghasilkan kompleksasi polielektrolit dengan polielektrolit yang berlawanan. Pembentukan ikatan sambung silang ini akan memperkuat kekuatan mekanis dari nanopartikel yang terbentuk (Park & Yeo, 2007). Kelebihan dari metode gelasi ionik adalah prosesnya sederhana sehingga dapat dikontrol dengan mudah serta tidak membutuhkan pelarut

organik (Mardliyati, dkk., 2012), mudah terbentuk (Mohammed, dkk., 2017) dan memiliki stabilitas sistem dispersi yang optimal (Fitri, dkk., 2020).

Dalam pembuatan nanopartikel dibutuhkan polimer agar suatu agen dapat terserap, terperangkap, dan bergabung secara proses kimiawi. Polimer yang dapat digunakan adalah kitosan termodifikasi agen pengikat silang (*crosslinking*) berupa Natrium tripolifosfat (NATPP). Interaksi yang terjadi antara muatan positif gugus amina dari kitosan dengan muatan negatif tripolifosfat akan membentuk kompleks dengan ukuran nanopartikel (Kafshgari, dkk., 2011). Jika dibandingkan dengan jenis polimer yang lain kitosan memiliki kelebihan, yaitu bersifat *non-toxic*, *biodegradable* dan *biocompatible* (Sugita, dkk., 2009), antibakteri (Irianto, dkk., 2011), tidak mahal (Tiyaboonchai, 2003), dapat mengontrol pelepasan suatu zat aktif (Guan, dkk., 2011). Selain itu, kitosan termasuk golongan polisakarida yang kelimpahannya berada pada urutan kedua di alam dan dapat berfungsi sebagai polielektrolit kationik (Wu, dkk., 2005). Sedangkan Natrium tripolifosfat dipilih sebagai agen pengikat silang karena dianggap sebagai agen pengikat silang terbaik yang memiliki kerapatan muatan negatif yang tinggi sehingga dapat berikatan silang dengan polikationik polimer kitosan yang akan lebih besar dari polianionik lainnya, seperti sitrat dan sulfat (Zeng, dkk., 2009). Primadevi dan Nafi'ah (2020) melaporkan bahwa kadar flavonoid ekstrak buah Parijoto yang tersalut nanokitosan-NaTPP lebih tinggi daripada kadar flavonoid yang tersalut nanokitosan-Asam sitrat.

Karakteristik nanopartikel dapat dipengaruhi oleh beberapa variabel, antara lain adalah volume, massa, konsentrasi polimer dan *crosslinker* yang digunakan, temperatur, kekuatan ionik, dan pH (Kleine, dkk., 2015). Pada penelitian ini

digunakan polimer jenis kitosan dan *crosslinker* NaTPP. Besar konsentrasi kitosan merupakan variabel yang sangat berpengaruh terhadap ukuran dan efisiensi penyerapan sebuah nanopartikel. Penelitian yang dilakukan oleh Fitri, dkk. (2020) menjelaskan bahwa semakin bertambahnya konsentrasi kitosan maka ukuran partikel yang dihasilkan juga semakin besar. Pada rasio ekstrak etanol daun salam: kitosan: NaTPP (1:1:1) menghasilkan stabilitas sistem dispersi yang optimal yaitu >30 mV dan ukuran partikel yang paling kecil. Kurniasari, dkk. (2017) melaporkan bahwa rasio komposisi kitosan dan NaTPP (8:1) adalah komposisi yang optimum untuk menghasilkan nanopartikel ekstrak etanol temu kunci, dengan ukuran nano dan nilai zeta potensial rata-rata adalah 41,87 mV. Ayumi, dkk. (2018) menjelaskan bahwa nanopartikel ekstrak etanol daun ekor naga menggunakan konsentrasi kitosan 0,2% menghasilkan ukuran partikel paling baik yaitu 5,1-394,2 μm .

Karakterisasi kandungan metabolit sekunder yang terdapat pada ekstrak bekatul perlu diidentifikasi untuk menentukan aspek praformulasi dan pascaformulasi sehingga formulasi ekstrak bekatul sebelum dan sesudah menjadi sediaan nanopartikel ekstrak bekatul dapat diketahui dan dibandingkan (Fitri, dkk., 2020). Estiasih, dkk. (2021) menyebutkan bahwa kandungan metabolit sekunder yang paling banyak dalam bekatul adalah senyawa fenol yaitu sebesar 269,85-447,68 mg GAE/100 g. Senyawa fenolik memiliki peran penting sebagai antioksidan dalam tubuh untuk mencegah berbagai penyakit seperti kanker, infeksi virus/peradangan, infeksi mikroba, dan kardiovaskular (Bayani, 2016). Sehingga dalam penelitian ini akan dilakukan perbandingan kandungan senyawa fenol secara kuantitatif.

Karakterisasi lain yang perlu dilakukan adalah analisis menggunakan *Particle size analyzer* (PSA) untuk mengetahui ukuran nanopartikel dan distribusi partikel yang dihasilkan (Kurniasari & Atun, 2017). Sedangkan gugus fungsi nanopartikel ekstrak bekatul dapat diketahui menggunakan analisis *Fourier transform infra red* (FTIR) (Bulatao, dkk., 2017). Pentingnya karakterisasi menggunakan beberapa instrumen tersebut adalah untuk mengetahui tingkat keberhasilan pembuatan nanopartikel ekstrak bekatul.

Berdasarkan uraian diatas, maka perlu dilakukan penelitian untuk mengetahui pengaruh konsentrasi bahan polimer berupa kitosan pada karakteristik nanopartikel ekstrak bekatul dengan menggunakan metode gelasi ionik serta mengetahui hasil karakterisasi nanopartikel ekstrak bekatul. Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan khususnya dalam bidang nanoteknologi sehingga dapat diaplikasikan untuk kebutuhan masyarakat.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas diperoleh rumusan masalah yaitu:

- a. Bagaimana perbedaan kadar total fenol pada variasi konsentrasi kitosan pada produk nanopartikel ekstrak bekatul yang terbentuk?
- b. Bagaimana karakterisasi nanopartikel ekstrak bekatul menggunakan PSA, dan FTIR?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah yang ada, tujuan penelitian ini adalah:

- a. Untuk mengetahui perbedaan kadar fenol pada variasi konsentrasi kitosan pada produk nanopartikel ekstrak bekatul yang terbentuk
- b. Untuk mengetahui hasil karakterisasi nanopartikel ekstrak bekatul menggunakan PSA dan FTIR.

1.4 Batasan Penelitian

- a. Sampel yang digunakan adalah bekatul beras putih dari daerah Malang
- b. Metode ekstraksi menggunakan metode sonikasi dengan pelarut etanol
- c. Rasio kitosan dan NaTPP yang digunakan adalah 8:1; 10:1; dan 12:1
- d. Deteksi kadar fenol total menggunakan UV-Vis
- e. Pengujian karakteristik fisik nanopartikel ekstrak bekatul menggunakan PSA dan FTIR.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat yang ingin dicapai dari penelitian ini adalah untuk memberikan informasi kepada masyarakat, lembaga, dan institusi lain mengenai pengaruh variasi kitosan terhadap nanopartikel ekstrak bekatul yang dihasilkan.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Peran Padi dalam Perspektif al-Qur'an

Al Qur'an adalah referensi terbaik dalam menjelaskan manfaat tanaman demi keberlangsungan makhluk hidup sebagai rezeki yang halal dan baik, bahan makanan dan minuman, sumber oksigen dan obat-obatan. Peran tanaman sebagai obat dari berbagai penyakit menjadi pembahasan penting yang terus dikaji oleh para ilmuan islam. Setiap bagian dari tanaman seperti biji, buah, daun, batang, akar dan lain sebagainya dapat dimanfaatkan dalam bidang kesehatan karena kandungan senyawa organik didalamnya. Allah swt menciptakan segala sesuatu di bumi disertai dengan manfaatnya dan tidak ada yang sia-sia termasuk bagian dari tanaman yang hanya dianggap limbah seperti bekatul. Bekatul adalah bagian dari padi yang diperoleh dari proses penggilingan. Bekatul memiliki kandungan senyawa aktif yang dapat dimanfaatkan sebagai antioksidan, antikanker, dan antibakteri. Allah berfirman dalam surat 'Abasa sebagai berikut:

أَنَا صَبَبْنَا الْمَاءَ صَبًّا ثُمَّ شَقَقْنَا الْأَرْضَ شَقًّا فَأَنْبَتْنَا فِيهَا حَبًّا وَعَبَبْنَا وَقَصَبْنَا وَرَزَيْنَا وَنَخَّلًا وَحَدَائِقَ
عُجْبًا وَفَاكِهَةً وَأَبًّا مَتَاعًا لَكُمْ وَلِأَنْعَامِكُمْ

Artinya: “Sesungguhnya Kami benar-benar telah mencurahkan air (dari langit). kemudian Kami belah bumi dengan sebaik-baiknya, lalu Kami tumbuhkan biji-bijian di bumi itu, anggur dan sayur-mayur, zaitun dan pohon kurma. kebun- kebun (yang) lebat, dan buah-buahan serta rumput-rumputan, untuk kesenangan kalian dan untuk binatang-binatang ternak kalian” (QS. Abasa: 25-32).

Dalam tafsir Kementerian Agama Republik Indonesia menjelaskan bahwa Allah swt. telah menyediakan berbagai makanan itu bagi makhluk-Nya melalui

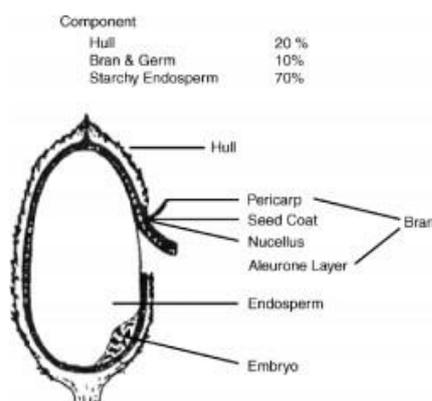
beberapa tahapan. Pertama, Allah menurunkan air hujan yang melimpah dari arah langit, yang berasal dari uap air yang membentuk awan yang menggumpal dan saling bertumpuk. Kemudian setelah air hujan itu membasahi bumi, Allah membelah bumi dengan sebaik-baiknya dengan tujuan menyuburkan bumi yang tadinya tandus. Saat bumi sudah kembali subur maka sejenis biji-bijian di dalam tanah mulai hidup dan menyeruak ke atas dan membelah permukaan tanah.

Hikmah (2018) menjelaskan bahwa makna kata “habba” pada ayat ke-27 mencakup berbagai macam-macam bibit atau biji. Diantaranya ada yang berbiji satu (monokotil) seperti padi dan gandum. Tanaman dengan biji monokotil dianggap lebih mudah menyerap unsur hara dari tanah serta lebih cepat tumbuh jika dibandingkan biji-biji yang lain. Biji monokotil termasuk macam-macam biji yang paling penting bagi kehidupan manusia serta hewan. Selain biji-bijian Allah juga telah menyiapkan berbagai jenis tanaman yang dapat dimanfaatkan oleh makhluk-Nya. Manfaatnya bukan hanya sebagai bahan pangan untuk manusia dan hewan, namun juga dapat dimanfaatkan dalam bidang kesehatan sehingga dalam ayat ke-32 dijelaskan bahwa Allah menciptakan berbagai jenis tanaman untuk kesenangan manusia. Kesenangan yang hakiki dapat diperoleh saat manusia dapat mensyukuri nikmat Allah, mengoptimalkan pemanfaatan tanaman dan meminimalisir produk samping yang dihasilkan dari pengolahan tanaman tersebut.

2.2 Bekatul

Bekatul adalah lapisan kulit paling dalam dari sekam padi yang dilepaskan selama proses penggilingan dan penyosohan (Widowati, 2001). Selain bekatul, hasil penggilingan padi juga berupa dedak padi. Di daerah tertentu seperti Jawa Barat,

bekatul dan dedak adalah satu hal yang sama, namun didaerah lain seperti Jawa Timur dan Jawa Tengah bekatul dan dedak menjadi pengertian yang berbeda (Hikmah, 2018). Menurut (Astawan dan Leomitro, 2009) dedak merupakan hasil samping dari proses penggilingan padi yang terdiri dari lapisan luar butiran beras (perikarp dan tegmen) serta sejumlah lembaga. Sedangkan bekatul terdiri atas lapisan dalam butiran beras, yaitu aleuron (kulit ari) beras serta sebagian kecil endosperma. Dalam proses penggilingan padi di Indonesia, dedak dihasilkan pada proses penyosohan pertama, sedangkan bekatul pada proses penyosohan kedua. Morfologi gabah kering ditampilkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Skema morfologi gabah kering (Orthoefer, 2001).

Pada tahun 2012 produksi padi di Indonesia sebesar 69,05 juta Gabah Kering Giling dengan persentase bekatul dari penggilingan gabah kering sebanyak 10% atau mencapai 6,905 juta ton (Hartati, dkk., 2015). Pada tahun 2015 produksi padi menunjukkan kenaikan yaitu sebesar 75,36 juta ton gabah kering giling (GKG), atau mengalami kenaikan sebanyak 4,51 juta ton (6,37%) dibandingkan tahun 2014. Kenaikan produksi padi disebabkan oleh kenaikan luas panen sebesar 0,32 juta hektar dan peningkatan produktivitas sebesar 2,04 kuintal/hektar (3,97

persen) (Tuarita, dkk., 2017). Permintaan akan beras diperkirakan akan terus meningkat pada beberapa dekade mendatang yang disebabkan oleh pertumbuhan ekonomi dan populasi penduduk, termasuk di negara Indonesia. Oleh karena itu, industri beras diperkirakan akan terus bertahan dalam waktu yang lama dan bekatul sebagai produk samping penggilingan padi juga akan semakin meningkat (Esa, dkk., 2013). Peningkatan jumlah bekatul harus diseimbangkan dengan studi pemanfaatan bekatul sebagai bahan baku industri pangan, kesehatan dan lain sebagainya. Sehingga kandungan senyawa-senyawa aktif dalam bekatul dapat dimanfaatkan semaksimal mungkin dan tidak hanya dianggap sebagai limbah dan pakan ternak saja.

Kandungan karbohidrat bekatul cukup tinggi, yang berasal dari endosperma beras, bekatul mengandung protein antara 12-15% dengan komponen penyusun utama terdiri dari lisin dan asam amino esensial. Komposisi asam amino esensial bekatul sedikit lebih baik dibandingkan dengan beras giling. Bekatul juga merupakan sumber serat pangan (*dietary fiber*) yang sangat baik, yang berfungsi untuk memperlancar saluran pencernaan dan berperan terhadap penurunan kadar kolesterol darah (Setyowati, dkk., 2008). Kandungan lemak bekatul lebih tinggi dari protein. Mutu minyak atau lemak bekatul dikenal sebagai salah satu minyak makan yang terbaik di antara minyak yang ada. Selain mengandung zat gizi makro seperti protein, lemak, dan serat makanan, bekatul padi juga diketahui mengandung mikronutrien seperti mineral dan vitamin E, sehingga cocok digunakan sebagai substrat di produksi makanan berprotein tinggi (Xu, dkk., 2001).

Bekatul kaya akan vitamin B kompleks dan vitamin E. Vitamin B kompleks sangat dibutuhkan sebagai komponen pembangun tubuh, sedangkan vitamin E

merupakan antioksidan yang sangat kuat (Ermalia, 2016). Fungsi lain vitamin E adalah dapat mencegah penyakit diabetes militus (DM), jantung koroner, memperlambat penuaan (Setyowati, dkk., 2008). Bekatul merupakan sumber pangan yang sangat baik bagi penderita alergi terhadap protein hewani (Wang, dkk., 2020). Tabel 2.1 menyatakan komposisi kimia bekatul pada kadar air 14%.

Tabel 2.1 Komposisi kimia bekatul beras putih (Estiasih, dkk., 2021).

Komposisi	Jumlah
Abu (%)	10,68 - 11,77
Protein (%)	15,75 - 17,45
Lemak (%)	20,63 ±1,71
Karbohidrat (%)	70,78 - 73,57
Serat pangan total (%)	31,21 - 34,44
Flavonoid bebas (mg ekuivalen quercetin/ 100g)	28,52 - 135,18
Flavonoid terikat (mg ekuivalen quercetin/ 100g)	11,63 - 105,70
Total Flavonoid (mg ekuivalen quercetin/ 100g)	40,15 - 240,88
Antosianin (mg ekuivalen sianidin glukosida/ 100g)	2,18 - 10,72
Fenol Bebas (mg GAE/ 100g)	
Fenol Terikat (mg GAE/ 100g)	153,30 - 329,65
Total Fenol (mg GAE/ 100g)	102,05 - 149,28
	269,85 - 447,68

2.3 Ekstraksi Ultrasonik

Ekstraksi ultrasonik merupakan bentuk modifikasi dari metode maserasi (metode konvensional). Metode ekstraksi ultrasonik juga dikenal dengan sonokimia, yaitu ekstraksi non termal yang memanfaatkan efek gelombang ultrasonik untuk mempengaruhi beberapa perubahan yang terjadi pada proses kimia (Setyantoro, dkk., 2019). Metode ultrasonik menggunakan gelombang ultrasonik berupa gelombang akustik dengan frekuensi lebih besar dari 16-20 kHz. Ultrasonik bersifat non-destructive dan non-invasive, sehingga dapat dengan mudah

diadaptasikan keberbagai aplikasi (Handayani, dkk., 2016).

Menurut Hartanti, dkk., (2021) metode ultrasonikasi adalah metode yang paling efisien digunakan untuk mengekstraksi. Metode ekstraksi ultrasonik akan meningkatkan jumlah rendemen kasar suatu ekstrak dan energi yang dibutuhkan relatif kecil (Dey & Rathod, 2013). Selain itu keuntungan dari metode ekstraksi ini adalah waktu operasi lebih singkat, efisiensi lebih besar dan laju perpindahan masa lebih cepat jika dibandingkan dengan metode ekstraksi termal atau konvensional (Fuadi, 2012), dapat mengeluarkan ekstrak dari matriks tanpa merusak struktur ekstrak, mencegah hilangnya senyawa yang mudah menguap (titik didih rendah) (Handaratri & Yuniati, 2019), lebih aman dan suhu saat pengoperasian dapat diturunkan sehingga cocok diterapkan pada ekstraksi senyawa bioaktif yang tidak tahan panas (Handayani, dkk., 2016).

Hikmawanti, dkk., (2021) melaporkan bahwa ekstraksi daun katuk (*Sauropus androgynus* (L.) Merr) menggunakan metode ultrasonik menunjukkan hasil terbaik untuk perolehan senyawa antioksidannya dibandingkan metode ekstraksi maserasi dan soxhletasi. Kadar fenolik total yang diperoleh dengan ekstraksi ultrasonik, maserasi, dan soxhletasi berturut-turut adalah 42,96; 25,42 dan 24,93 mgGAE/g. Sedangkan untuk nilai IC_{50} ekstrak daun katuk yang diekstraksi dengan metode ultrasonik adalah 81,43 ppm. Nilai tersebut menunjukkan bahwa aktivitas antioksidan ekstrak daun katuk lebih besar dibandingkan menggunakan metode ekstraksi maserasi (IC_{50} : 90,65 ppm) dan metode ekstraksi soxhletasi (IC_{50} : 92,34). Karena semakin kecil nilai IC_{50} maka aktivitas antioksidannya semakin tinggi (Rahman, dkk., 2014). Berdasarkan penelitian Handaratri & Yuniati (2019) rendemen yang dihasilkan dari ekstraksi ultrasonik buah murbei menunjukkan hasil

lebih tinggi yaitu 43,52% dibandingkan dengan ekstraksi *microwave* dengan rendemen sebesar 32,78%.

Metode ultrasonik dapat mempercepat proses ekstraksi senyawa organik yang ada dalam tanaman dan biji-bijian dengan menggunakan pelarut organik. Dinding sel dari bahan dipecah dengan bantuan getaran ultrasonik sehingga kandungan yang ada didalamnya dapat keluar dengan mudah (Adhiksana, 2017). Cara kerja metode ultrasonik dalam mengekstraksi diawali dengan pembentukan gelombang ultrasonik dari pembangkitan ultrason secara lokal dari kavitasi mikro pada sekeliling bahan yang akan diekstraksi sehingga terjadi pemanasan pada bahan. Pemanasan ini memberikan efek pada penghancuran dinding sel sehingga membebaskan kandungan senyawa yang ada di dalamnya serta pemanasan pada cairan akan meningkatkan difusi ekstrak. Kemudian seluruh bagian cairan dilewati oleh energi kinetik, dan muncul gelembung kavitasi pada dinding atau permukaan sehingga meningkatkan transfer massa antara permukaan padat-cair. Efek mekanik yang ditimbulkan adalah meningkatkan transfer massa, mendukung pelepasan komponen sel, dan meningkatkan penetrasi dari cairan menuju dinding membran sel. Kavitasi ultrasonik menghasilkan daya yang dapat memecah dinding sel secara mekanis dan meningkatkan transfer material (Liu, dkk., 2010). Gambar peralatan ekstraksi ultrasonik ditunjukkan pada Gambar 2.2.

Adapun faktor yang mempengaruhi ekstraksi ultrasonik adalah pemilihan pelarut, lama ekstraksi, suhu dan rasio bahan dan pelarut (Masrihanah, 2020). Semua faktor tersebut dapat mempengaruhi nilai rendemen yang dihasilkan. Ekstraksi ultrasonik menggunakan pelarut etanol. Hasil ekstraksi ultrasonik dengan pelarut etanol ditunjukkan pada Tabel 2.2.



Gambar 2.2 Peralatan proses ekstraksi ultrasonik (Arifin, 2012).

Tabel 2.2 Hasil ekstraksi ultrasonik dengan pelarut etanol.

Sampel	Deskripsi	Referensi
Daun Katuk	Hasil ekstraksi menggunakan metode ultrasonik pada suhu 40°C dan waktu 45 menit menghasilkan % rendemen tertinggi 36,29% dibandingkan dengan ekstraksi maserasi dan soxhlet	Hikmawanti, dkk., 2021
Bekatul Sorgum	Kadar fenol ekstrak bekatul sorgum dengan pelarut etanol 96% adalah 19,76 mg, nilai ini lebih besar daripada kadar fenol ekstrak bekatul sorgum yang diekstrak dengan n-heksan yaitu sebesar 14,50 mg	Sukmawaty & Nur, 2019
Bekatul	<i>Yield</i> minyak bekatul tertinggi didapatkan pada kondisi operasi suhu 60°C, rasio bahan/pelarut 1:5	Dajeni & Yuniar, 2019
Bekatul	waktu ekstraksi 60 menit yaitu 11.34% Suhu 60 °C merupakan suhu optimum untuk memperoleh ekstrak bekatul dengan nilai total fenol yang tinggi jika dibandingkan dengan suhu 40 °C dan suhu 50 °C	Peanparkdee, dkk., 2019
Bawang Dayak	Ekstraksi yang dilakukan selama 30 menit dengan pelarut etanol 96% menunjukkan hasil terbaik rendemen sebesar 7.84 % dan total fenol 240.62 mg GAE/g.	Yuswi, 2017

Berdasarkan beberapa penelitian diatas dapat diketahui bahwa waktu ekstraksi, jenis pelarut dan konsentrasi pelarut adalah faktor yang paling berpengaruh terhadap rendemen dan senyawa bioaktif dalam suatu ekstrak. Pelarut

yang sering digunakan adalah etanol karena pelarut ini memiliki sifat polar sehingga sangat cocok digunakan untuk mengekstrak senyawa flavonoid dan senyawa organik lainnya (Suhendra, dkk., 2019) dapat menyari senyawa kimia lebih banyak dibandingkan dengan pelarut metanol dan air (Riwanti, dkk., 2020). Etanol juga tidak beracun dan tidak berbahaya (Munawaroh & Handayani, 2010). Etanol 70% merupakan pelarut yang lebih polar dari etanol 96% dan lebih non polar dari etanol 50% sehingga senyawa flavonoid yang sifatnya polar akan cenderung terlarut lebih banyak dalam etanol 70% (Riwanti, dkk., 2020). Peningkatan waktu ekstraksi menghasilkan rendemen yang semakin besar karena semakin lama waktu ekstraksi maka kontak antara bahan dan pelarut akan lebih lama sehingga senyawa flavonoid yang dihasilkan akan semakin meningkat (Rifkia & Prabowo, 2020).

2.4 Nanopartikel

Nanopartikel didefinisikan sebagai bahan dengan ukuran dari 1–100 nm, yang dapat diproduksi atau alami. Nanopartikel telah menarik perhatian dalam beberapa tahun terakhir karena sifat uniknya yang mereka miliki, yang meliputi aspek morfologi, reaktif kimiawi, kompetitif situs pengikatan dan aktif secara optik. NP mungkin berbeda dari bahan curah dan mereka dapat memilikinya fitur yang ditingkatkan berdasarkan ukuran, bentuk, dan strukturnya. NP memiliki kegunaan potensial di berbagai cabang kedokteran, bioteknologi, elektronik, pangan dan pertanian (Mantejo, dkk., 2023). Dalam bidang farmasi, nanopartikel memiliki dua pengertian yaitu senyawa obat yang dibuat dengan ukuran sangat kecil (nanometer) dan obat yang dienkapsulasi dalam *nanocarrier* atau sistem pembawa berukuran nanometer. Pada sistem *nanocarrier* obat akan terperangkap dan dienkapsulasi

pada nanopartikel matriks (Abdassah, 2012).

Kelebihan utama dari partikel berukuran nano adalah dapat disimpan dalam jangka panjang karena memiliki stabilitas yang tinggi. Karakteristik permukaan dan ukuran partikelnya mudah dimodifikasi untuk kepentingan penghantaran obat. Ukuran yang sangat kecil dari nanopartikel dapat meningkatkan kelarutan dan penyerapan bahan aktif. Selain itu dapat diaplikasikan dalam pengiriman obat hidrofilik maupun hidrofobik (Goyal, dkk., 2011). Menurut Buzea, dkk., (2007) kelebihan lain dari nanopartikel adalah kemampuannya untuk menembus ruang-ruang antar sel yang hanya dapat ditembus oleh ukuran partikel koloidal. Kemampuan untuk menembus dinding sel yang lebih tinggi, baik melalui difusi maupun opsonifikasi, dan fleksibilitasnya untuk dikombinasi dengan berbagai teknologi lain sehingga membuka potensi yang luas untuk dikembangkan pada berbagai keperluan dan target. Kelebihan lain dari nanopartikel adalah adanya peningkatan afinitas dari sistem karena peningkatan luas permukaan kontak pada jumlah yang sama.

Disamping kelebihanannya, nanopartikel memiliki beberapa kekurangan yaitu: nanopartikel dapat dengan mudah berpindah menuju sistem peredaran darah dan limfatik, dan akhirnya masuk kedalam jaringan dan organ tubuh, hal ini karena ukuran nanopartikel yang relatif kecil. Beberapa nanopartikel, tergantung pada komposisi dan ukurannya, dapat menghasilkan kerusakan permanen pada sel karena stres oksidatif dan/atau cedera organel (Buzea, dkk., 2007). Nanopartikel hanya cocok untuk obat dengan dosis kecil. Penanganan dan penyimpanan nanopartikel terbilang susah karena kemudahannya dalam teragregasi (Rawat, dkk., 2006).

Pembuatan nanopartikel bergantung pada polimer dan sifat obat. Nanopartikel dapat dibuat dengan metode monomer sintesis dan dispersi polimer sintesis (Abdassah, 2012):

a. Polimerisasi Monomer Sintesis

Nanopartikel yang terbentuk didapatkan dengan menginduksi reaksi polimerisasi dari monomer agar menjadi polimer sebagai suatu pembawa. Prosesnya yaitu dengan mendispersikan suatu monomer yang tidak larut air ke dalam fase pendispersi air, kemudian diinduksi dan diberi pengendali reaksi berupa inisiator kimia, variasi pH, dan stabilizer (Delie & Blanco, 2005).

b. Dispersi Polimer

Pembuatan nanopartikel menggunakan polimer memiliki prinsip presipitasi. Pada dasarnya proses ini dibuat dengan pembentukan emulsi dari fase organik yang terlarut polimer di dalamnya dengan fase air, kemudian untuk pembentukan partikel maka fase organik harus dihilangkan (Delie & Blanco, 2005). Beberapa jenis metode dispersi polimer:

a) Gelasi Ionik

Metode ini melibatkan proses sambung silang antara polielektrolit dengan adanya pasangan ion multivalennya. Gelasi ionik diikuti dengan kompleksasi polielektrolit dengan polielektrolit yang berlawanan. Pembentukan ikatan sambung silang ini akan memperkuat kekuatan mekanis dari partikel yang terbentuk (Park & Yeo, 2007). Kitosan yang merupakan polimer kationik dapat bereaksi dengan anion multivalen seperti tripolifosfat. Pembentukan mikropartikel dengan metode gelasi ionik dapat dilakukan dengan pengerasan tetesan cair yang didispersikan pada fase minyak atau organik. Prosedur meliputi pencampuran dua fase cair, fase yang satu

mengandung kitosan dan fase yang satu mengandung anion multivalen (Mohanraj & Chen, 2006).

Nanopartikel yang dibuat dengan menggunakan metode gelasi ionik akan lebih mudah terbentuk (Mohammed, dkk., 2017). Hal ini disebabkan adanya kompleksasi antara spesies bermuatan positif dan negatif selama pengadukan mekanis pada suhu kamar, sehingga terjadi pemisahan kitosan dalam partikel bola dengan ukuran dan muatan permukaan yang berbeda. Dalam penelitian yang dilakukan oleh Putri, dkk. (2018), menjelaskan bahwa pembuatan nanopartikel kitosan ekstrak daun ubi jalar menggunakan metode gelasi ionik memiliki rata-rata ukuran partikel paling optimal setelah penambahan NaTPP yaitu sebesar 302,6 nm. Menurut Permatasari, dkk. (2020), rasio volume kitosan dan NaTPP sangat berpengaruh dalam pembuatan nanokitosan dengan metode gelasi ionik. Semakin besar rasio volume kitosan dan NaTPP yang digunakan, maka akan semakin besar pula ukuran partikel dan indeks polidispersitas yang dihasilkan.

b) Metode Penguapan Pelarut

Polimer dilarutkan dalam pelarut organik seperti etil asetat yang digunakan sebagai pelarut dalam melarutkan obat yang bersifat hidrofobik. Campuran polimer dan larutan obat lalu diemulsifikasi dalam larutan yang mengandung surfaktan dan menjadi bentuk emulsi minyak dalam air (*o/w*). Setelah terbentuk emulsi yang stabil, pelarut organik kemudian diuapkan dengan ditekan atau diputar secara terus menerus menggunakan *magnetic stirrer*. Ukuran partikel dipengaruhi oleh tipe dan konsentrasi penstabil yang digunakan, kecepatan homogenizer, dan konsentrasi polimer (Mohanraj & Chen, 2006).

c) Emulsifikasi Spontan

Merupakan metode modifikasi dari penguapan pelarut. Dalam metode ini pelarut yang larut dalam air bersama dengan sejumlah kecil pelarut organik yang tidak larut air, digunakan sebagai fase minyak. Karena difusi spontan dari pelarut menyebabkan turbulensi antarmuka antara dua fase yang membentuk partikel kecil. Semakin banyak konsentrasi air yang larut dalam pelarut, ukuran dari partikel yang dihasilkan akan semakin kecil (Mohanraj & Chen, 2006).

d) *Spray drying*

Spray drying adalah teknik terkenal untuk menghasilkan bubuk, butiran atau aglomerat dari: campuran obat dan larutan eksipien serta suspensi. Metode ini didasarkan pada pengeringan tetesan atom dalam aliran udara panas. Di dalam metode, kitosan pertama dilarutkan dalam asam asetat berair larutan, obat kemudian dilarutkan atau didispersikan dalam solusi dan kemudian, agen pengikat silang yang cocok adalah ditambahkan. Larutan atau dispersi ini kemudian diatomisasi dalam aliran udara panas. Atomisasi menyebabkan pembentukan tetesan kecil, dari mana pelarut menguap seketika mengarah ke formasi partikel yang mengalir bebas. Berbagai parameter proses harus dikontrol untuk mendapatkan ukuran partikel yang diinginkan. Ukuran partikel tergantung pada ukuran nosel, laju aliran semprot, atomisasi tekanan, suhu udara masuk dan tingkat ikatan silang (Abdassah, 2012).

e) Metode ikatan silang emulsi (*crosslinking*)

Metode ini menggunakan yaitu grup amina fungsional reaktif dari kitosan berikatan silangnya dengan grup aldehid dari agen ikatan silang. Pada metode ini, emulsi air dalam minyak disiapkan dengan mengemulsikan larutan encer kitosan dalam fase minyak. Droplet (tetesan berukuran kecil) encer distabilkan dengan

menggunakan surfaktan yang tepat. Emulsi yang stabil direaksikan dengan bahan yang tepat agar terjadi ikatan silang (Irianto & Muljanah, 2011).

f) Metode Penggabungan Droplet Emulsi

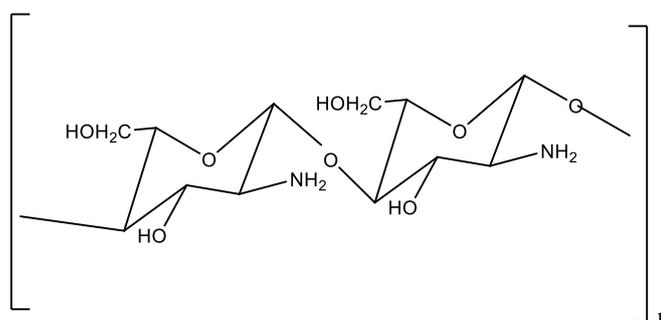
Penggabungan Droplet Emulsi menggunakan prinsip kedua emulsi cross-linking dan presipitasi. Namun, dalam metode ini, alih-alih menghubungkan silang tetesan stabil, presipitasi adalah diinduksi dengan memungkinkan penggabungan tetesan kitosan dengan tetesan NaOH. Pertama, emulsi stabil yang mengandung larutan kitosan bersama dengan obat diproduksi di minyak parafin cair dan kemudian, emulsi stabil lainnya yang mengandung larutan kitosan dari NaOH diproduksi dengan cara yang sama. Ketika kedua emulsi dicampur di bawah pengadukan berkecepatan tinggi, tetesan setiap emulsi akan bertabrakan secara acak dan menyatu, dengan demikian mengendapkan tetesan kitosan untuk memberikan partikel ukuran kecil. Metode ini memanfaatkan prinsip ikatan silang emulsi dan presipitasi. Presipitasi dihasilkan akibat penggabungan droplet kitosan dan droplet NaOH (Irianto & Muljanah, 2011).

g) Presipitasi

Metode ini memanfaatkan sifat fisikokimia kitosan karena tidak larut dalam media pH basa, tetapi mengendap ketika bersentuhan dengan larutan alkali. Partikel diproduksi dengan meniup larutan kitosan menjadi larutan alkali seperti natrium hidroksida, NaOH-metanol atau ethanediamine menggunakan nosel udara terkompresi untuk membentuk tetesan coacervate (Agnihotri, dkk., 2004).

2.5 Kitosan (CS)

Kitosan merupakan salah satu jenis polimer alami karbohidrat yang telah dimodifikasi dan dibuat melalui N-deasetilasi parsial chitin. Chitin termasuk biopolimer alami karena terbuat dari lobster, udang, dan kulit kepiting (Illum, 1998). Kitosan memiliki rumus molekul $(C_6H_{11}NO_4)_n$ dan terdiri dari senyawa poli (N-amino-2-deoksi- β -D-glukopiranososa) atau glukosamin hasil deasetilasi kitin/poli (N-asetil-2-amino-2-deoksi- β -D- glukopiranososa) dikombinasikan dengan ikatan glikosidik (Sugita, dkk., 2009). Kitosan mempunyai satu gugus amino primer dan dua gugus hidroksil bebas pada setiap struktur C_6 (Gambar 2.3). Karena ketersediaan gugus amino bebas, ia membawa muatan positif dan bereaksi dengan banyak permukaan bermuatan negatif seperti membran sel, dan polimer anionik lainnya (Kunjachan, dkk., 2014).



Gambar 2.3 Struktur kimia kitosan (Rismana, dkk., 2014).

Kitosan berbentuk padatan, berwarna putih kekuningan dan larut dalam asam organik pada rentang pH 4-6,5 (Setha, dkk., 2019). Kitosan memiliki gugus amino dengan pKa 6,2 - 7 yang merupakan zat basa (Kumar & Majeti, 2000). Kitosan sedikit larut dalam air, namun tidak larut dalam etanol (95%), pelarut organik lainnya, dan larutan netral atau alkali pada pH lebih dari 6,5 (Winarti,

2011). Semakin rendah pH maka kelarutan kitosan akan semakin meningkat karena pada pH rendah, grup amino dari kitosan mendapatkan donor proton dari asam sehingga terbentuk kationik yang dapat larut dalam air. Muatan positif (kationik) dari permukaan kitosan dapat berinteraksi dengan muatan permukaan negatif. Namun jika pH lebih dari 6, gugus amino pada kitosan akan terdeprotonasi dan kehilangan muatannya menghasilkan polimer tidak larut bermuatan netral. Transisi larut dan tidak larutnya kitosan terjadi pada pH 6 - 6,5 (Harahap, 2012).

Tabel 2.3 Spesifikasi kitosan (Sugita, 2009).

Parameter	Ciri-ciri
Ukuran partikel	Serpihan sampai bubuk
Kadar air (%)	10,0
Kadar abu (%)	2,0
Warna larutan	Tidak berwarna
N-deasitilasi (%)	70,0
Kelas viskositas (cps)	
• Rendah	< 200
• Medium	200 – 799
• Tinggi pelarut organik	800 – 2000
• Sangat tinggi	< 2000

Tabel 2.4 Sifat biologis dan kimiawi dari kitosan (Hejazi, dkk., 2003).

Sifat Biologis	Sifat Biologis
Polimer alami, biokompatibel	Poliamin kationik dengan densitas muatan yang tinggi pada pH <6.5
Biodegradabel oleh unsur tubuh normal	Berat molekul tinggi
Aman dan tidak beracun	Melekat pada mukosa
Hemostatik	Gugus amino/hidroksi reaktif
Antimikrobal dan antiviral	Antitumoral linear
Mempunyai aktivitas immunoadjuvan	Mudah dimodifikasi secara kimiawi
Biaya terjangkau dan serbaguna	Khelat beberapa logam transisional
	Kondensasi asam nukleat

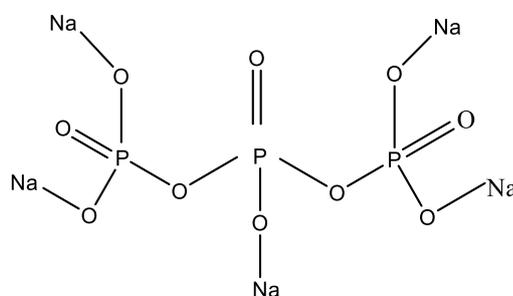
Gugus amina membuat sifat kitosan sangat berguna dalam aplikasi farmasi. Dibandingkan untuk banyak polimer alam lainnya, kitosan memiliki bermuatan positif dan bersifat mukoadhesif sehingga digunakan secara luas dalam aplikasi pengiriman obat (Agnihotri, 2004). Ningsih, dkk. (2012) melaporkan bahwa kitosan lebih banyak dipilih sebagai bahan utama dalam pembuatan nanopartikel dalam mengantarkan zat aktif secara terkontrol karena kemampuannya untuk membuka kait antar sel pada membran usus secara sementara.

Bahan berbasis kitosan telah banyak diuji dalam berbagai aplikasi seperti: industri makanan (Khan, dkk., 2018), industri kimia (Thariq, dkk., 2016), industri tekstil (Prayudi & Susanto, 2000), obat-obatan dan medis (Irianto & Muljanah, 2011). Aplikasi dalam berbagai bidang tersebut disebabkan karena kitosan secara khusus bersifat biokompatibel dan dapat terdegradasi. Selain itu, kitosan memiliki aktivitas biologis seperti bakteristasis, anti oksidasi, imunomodulasi, anti tumor, dan anti inflamasi (Wang, dkk., 2020). Namun kitosan sangat mudah menyerap air dan memiliki derajat *swelling* tinggi, sehingga dalam aplikasi biologis dan medis sebagai sistem penghantaran dan pelepasan obat dianggap kurang menguntungkan. Oleh karena itu, dibutuhkan penambahan NaTPP untuk menghasilkan penurunan

kitosan dengan peningkatan biokompatibilitas dan menurunkan derajat *swelling* (Kurniasari & Atun, 2017). Kitosan dapat dimodifikasi untuk memperbaiki beberapa sifat fisik, kimianya atau sifat biologis. Modifikasi fisik kitosan ke dalam manik-manik dengan menggunakan tripolyphosphate (TPP) sebagai *crosslinker* ionik menghasilkan proses pengeringan yang lebih kaku dan stabil, manik-manik ESE akan menyusut, mengeras, dan tidak akan berubah menjadi serpihan (Sabarudin & Armeida, 2021).

2.6 Natrium Tripolifosfat (NaTPP)

Natrium tripolifosfat (NaTPP) merupakan salah satu agen pengikat silang yang diformulasikan dengan kitosan dalam pembuatan nanopartikel (Fitri, dkk., 2020). NaTPP memiliki rumus kimia $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$ dengan berat molekul 367,864 NaTPP adalah zat anorganik dan termasuk dalam garam natrium dari polifosfat penta anion dan merupakan konjugat basa trifosforik asam. NaTPP berbentuk bubuk putih dan sedikit higroskopis, densitas 2,52 g/cm³ dan kelarutan dalam air sebesar 14,5 g/100 ml (Ayumi, dkk., 2018). Struktur Natrium tripolifosfat dapat dilihat pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Struktur Natrium Tripolifosfat (Windarti & Hascaryo, 2022).

Aplikasi NaTPP telah dilaporkan dalam beberapa bidang diantaranya bidang industri keramik, bidang pangan misalnya sebagai bahan pengawet makanan dan daging. Dalam bidang kimia natrium tripolifosfat berperan sebagai larutan bufer dan surfaktan serta digunakan untuk hidrolisis lemak dan bahan pengemulsi (emulsifier). Selain itu, Natrium tripolifosfat juga digunakan untuk pengikat silang dalam pembuatan membran kitosan. Membran yang terikat silang natrium tripolifosfat lebih fleksibel dan stabilitas kimianya menjadi lebih baik (Sugita, 2009).

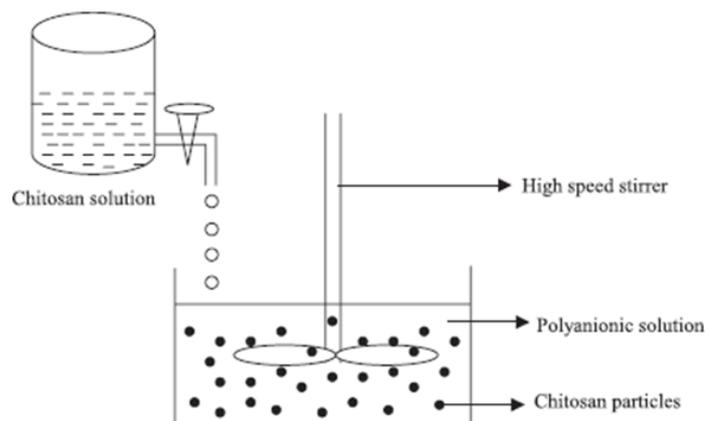
NaTPP berperan dalam pembentukan nanopartikel kitosan melalui ikatan silang antara kitosan yang bersifat kationik dengan tripolifosfat (TPP). Larutan NaTPP terdisosiasi dalam aquades dengan melepaskan ion OH^- dan PO_4^{5-} . Secara ionik kedua ion tersebut dapat bereaksi dengan ion NH_3^+ dari kitosan sehingga terbentuk struktur intermolekul melalui ikatan silang (Husniati & Oktarina, 2014). Tripolifosfat (TPP) digunakan sebagai protektor gugus $-\text{NH}_2$ karena dapat berperan ganda yaitu selain dapat memproteksi gugus $-\text{NH}_2$ juga dapat membentuk struktur butiran yang lebih baik jika dibandingkan dengan NaOH. TPP akan berikatan secara intramolekuler dan intermolekuler sehingga struktur kitosan akan menjadi lebih rigid dan terbentuklah butiran kitosan (Madjid, dkk., 2018). Konsentrasi TPP dan lama waktu perendaman dalam TPP akan mempengaruhi kekakuan dari butiran, ukuran pori dan morfologi kitosan butiran yang terbentuk. Primadevi & Nafi'ah (2020) melaporkan bahwa penggunaan tripolifosfat sebagai salah satu pasangan ion kitosan akan memberikan hasil nanopartikel yang dapat lebih stabil dan memiliki karakter penembusan membran yang lebih baik.

2.7 Pembuatan Nanopartikel Metode Gelasi Ionik

Gelasi ionik dikenal sebagai gelasi yang diinduksi ion, merupakan metode ikat silang dalam pembuatan nanopartikel dan mikropartikel (Kunjachan & Jose, 2010). Pembuatan nanokitosan menggunakan metode gelasi ionik memiliki beberapa kelebihan seperti, persiapan yang sederhana dan ringan di lingkungan berair (Harahap, 2010). Aplikasi metode gelasi ionik dapat menghindari kemungkinan toksisitas pada reagen (Agnihotri, dkk., 2004).

Prinsip dasar pembentukan nanopartikel kitosan dengan metode ikat silang didasarkan pada interaksi elektrostatis antara amin (-NH) dari kitosan dan muatan negatif dari polianion (TPP). Kitosan dilarutkan terlebih dahulu dalam asam asetat kemudian ditambahkan polianion seperti NaTPP sehingga terbentuk nanopartikel setelah mengalami pengadukan *magnetic stirrer* pada suhu kamar (Abdassah, 2017). Permukaan dan ukuran partikel dapat dimodifikasi dengan memvariasikan rasio kitosan dan stabilizer (Tiyaboonchai, 2003).

Bodmeier, dkk. (1989) melaporkan persiapan kompleks TPP-kitosan dengan menjatuhkan tetesan kitosan ke dalam larutan TPP. Dalam metode gelasi ionik, kitosan adalah dilarutkan dalam larutan asam berair untuk mendapatkan kation kitosan. Larutan ini kemudian ditambahkan tetes demi tetes seiring dengan pengadukan konstan ke larutan TPP polianionik. Karena kompleksasi antara muatan yang berlawanan spesies, kitosan mengalami gelasi ionik dan mengendap untuk membentuk partikel seperti bola yang ukurannya sangat kecil. Metodenya secara skematis direpresentasikan pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Skema pembuatan nanopartikel dengan metode gelasi ionik (Agnihotri, dkk., 2004)

2.8 Senyawa Aktif

Metabolit sekunder dihasilkan dari reaksi sekunder metabolit primer seperti protein, lemak, dan karbohidrat. Metabolit sekunder berupa molekul- molekul kecil, bersifat spesifik pada setiap organisme, mempunyai struktur yang bervariasi, setiap senyawa memiliki fungsi atau peranan yang berbeda-beda. Metabolit sekunder merupakan biomolekul yang dapat digunakan sebagai komposisi utama dalam penemuan dan pengembangan obat-obat baru (Ergina, dkk., 2014). Senyawa metabolit sekunder yang umum terdapat pada tanaman adalah: alkaloid, fenolik, steroid, saponin, terpenoid dan tannin (Variyani, dkk., 2021).

Senyawa fenolik adalah senyawa yang memiliki gugus hidroksil dengan keragaman struktural mulai dari fenol sederhana hingga kompleks maupun komponen yang terpolimerisasi. Polifenol memiliki banyak gugus fenol dalam molekulnya dan spektrum yang luas dengan kelarutan yang berbeda-beda (Diniyah & Sang, 2020). Fenol merupakan salah satu kelompok metabolit sekunder yang paling melimpah dalam biji-bijian, senyawa ini dianggap sebagai antioksidan alami,

yang berperan dalam mengurangi stres oksidatif yang diinduksi kerusakan pada molekul biologis besar, seperti: lipid, protein, dan DNA (Ghasemzahed, dkk., 2018).

2.9 Particle Size Analyzer (PSA)

PSA merupakan alat yang digunakan untuk menentukan ukuran dan distribusi nanopartikel. Rentang pengukuran dengan alat ini yaitu 0,6–7 nm (Abdassah, 2017). Ukuran dan distribusi partikel merupakan karakteristik yang paling penting dalam sistem nanopartikel. Hal ini digunakan untuk memperkirakan distribusi secara *in vivo*, biologis, toksisitas, dan kemampuan membidik dari sistem nanopartikel (Mohanraj & Chen, 2007). Penentuan ukuran dan distribusi ukuran nanopartikel harus dilakukan karena mempengaruhi secara langsung keunikan sifat nanopartikel. Metode yang dapat digunakan antara lain *Dynamic Light Scattering* (DLS), *Static Light Scattering* (SLS), NMR, turbidimetri, dan lain sebagainya (Haskell, 2006).

Menurut Rawle (2010) PSA menggunakan *metode Laser Diffraction* (LAS) dan berbasis *Photon Correlation Spectroscopy* (PCS), saat partikel bergerak secara acak dan berkas sinar laser menyinari maka akan ada cahaya yang dihamburkan oleh partikel tersebut. Distribusi dari intensitas yang dihamburkan ini yang akan dianalisis oleh komputer sebagai hasil distribusi ukuran partikel. Metode LAS dibagi menjadi dua jenis:

- a. Metode basah: metode ini menggunakan media pendispersi untuk mendispersikan material uji.
- b. Metode kering: metode ini memanfaatkan udara atau aliran udara untuk

melarutkan partikel dan membawanya ke sensing zone. Metode ini baik digunakan untuk ukuran yang kasar, dimana hubungan antarpartikel lemah dan kemungkinan untuk beraglomerasi kecil (Ramadhani, 2020).

Metode yang digunakan dalam pengukuran partikel dengan PSA adalah metode basah. Metode basah dianggap lebih akurat dibandingkan dengan metode kering, analisa gambar dan ayakan. Metode basah sangat cocok untuk sampel yang cenderung memiliki aglomerasi tinggi. Hal ini karena partikel didispersikan kedalam media sehingga partikel tidak saling aglomerasi. Ukuran partikel yang terukur adalah ukuran dari single particle. Hasil pengukuran berupa bentuk distribusi partikel, sehingga dapat diasumsikan bahwa hasil pengukuran sudah menggambarkan keseluruhan kondisi dari sampel. Partikel distribusi ukuran dapat dihitung sebagai angka atau volume distribusi massa (Horiba, 2014).

PSA memiliki beberapa keunggulan sebagai berikut:

- a. Dapat digunakan pada partikel dengan ukuran 0,02-2000 nm
- b. Tingkat akurasi dan reproduksibilitas $\pm 1\%$
- c. Dapat digunakan untuk pengukuran distribusi ukuran partikel bubuk kering, emulsi dan suspensi
- d. Ramah lingkungan (Kamea, 2019).

Bulatao, dkk. (2017) melaporkan bahwa analisis ukuran nanopartikel ekstrak bekatul beras hitam dengan polimer kitosan-alginat memiliki ukuran partikel paling kecil yaitu sebesar 467,9 nm pada formula kitosan-alginat tetap namun ekstrak antosianin yang ditambahkan sebanyak 30 mg. Sedangkan ukuran partikel terbesar pada penambahan 20 mg antosianin yaitu sebesar 635,9 nm.

Semakin besar konsentrasi antosianin yang ditambahkan akan memperluas dispersi nanopartikel sehingga memperkecil ukuran partikelnya. Walaupun demikian, semua ukuran partikel yang dihasilkan termasuk dalam kategori ukuran nanopartikel yang diharapkan karena ukuran partikelnya <100 nm.

2.10 Fourier Transform Infra Red (FTIR)

FTIR adalah salah satu teknik spektroskopi optik yang dapat memberikan informasi tentang komposisi molekular kimia suatu bahan. FTIR digunakan untuk menentukan gugus fungsi kimia dari senyawa organik dan anorganik secara kualitatif maupun kuantitatif dengan melihat kekuatan absorpsi senyawa pada panjang gelombang tertentu (Bunaciu, dkk., 2014). Instrumen ini bekerja berdasarkan metode absorpsi yaitu perbedaan penyerapan radiasi inframerah. Penyerapan inframerah oleh suatu materi dapat terjadi karena dua hal, yaitu kesesuaian antara frekuensi radiasi inframerah dengan frekuensi vibrasional molekul sampel dan momen dipol yang berubah selama terjadi vibrasi (Anam, dkk., 2007).

Metode FTIR merupakan metode yang cepat dan konsisten, bahkan dalam konsentrasi analit yang rendah, non-destruktif, sensitif, dan tidak memerlukan preparasi sampel yang rumit (Suparman, dkk., 2015). Kusumastuti (2011) menjelaskan bahwa komponen utama pada spektroskopi FTIR adalah interferometer michelson yang berfungsi untuk menguraikan radiasi sinar inframerah menjadi komponen-komponen frekuensi sehingga informasi struktur molekul dapat diperoleh secara tepat dan akurat.

Prinsip kerja FTIR berupa sinar inframerah yang dilewatkan pada celah menuju sampel, dimana celah tersebut berfungsi mengontrol jumlah energi yang disampaikan kepada sampel. Sebagian sinar tersebut diserap oleh sampel dan yang lainnya ditransmisikan melalui permukaan sampel sehingga sinar inframerah lolos menuju detektor dan sinyal yang terukur kemudian dikirim ke komputer (Ikmalia, 2020).

BAB III

METODOLOGI

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada tanggal 22 Agustus 2022- 24 Juli 2023 di Laboratorium Biokimia. Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian adalah seperangkat alat gelas diantaranya beaker glass, erlenmeyer, gelas ukur, *magnetic stirrer*, gelas arloji, labu ukur, neraca analitik, cawan porselen, desikator, oven, spatula, batang pengaduk, *water bath*, corong *buchner*, *rotary evaporator*, UV-Vis, PSA, dan FTIR.

3.2.2 Bahan

Bahan bahan yang dibutuhkan dalam penelitian ini adalah bekatul beras putih, etanol 96%, aquades, Folin-Ciocalteu, Na_2CO_3 , asam galat, kitosan, asam asetat 1%, dan NaTPP.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini merupakan penelitian eksploratif laboratorik dengan pelaksanaan pengujian di laboratorium. Bekatul (*rice bran*) yang diperoleh dari tempat penggilingan padi, kemudian di keringkan untuk menghilangkan kadar air di dalam bekatul (*rice bran*). Simplisia bekatul dipreparasi dan distabilisasi. Setelah

itu diekstraksi menggunakan ultrasonik dengan pelarut etanol 96% sehingga didapatkan ekstrak pelarut. Hasil ultrasonik yang diperoleh dipekatkan dengan menggunakan *rotary vacuum evaporator*. Selanjutnya dilakukan pembuatan nanopartikel dari ekstrak bekatul (*rice bran*) dengan variasi konsentrasi kitosan yang digunakan. Selanjutnya dilakukan uji fitokimia pada nanopartikel ekstrak bekatul (*rice bran*), kemudian dikarakterisasi menggunakan PSA dan FTIR.

3.4 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan melalui tahapan sebagai berikut:

- a. Preparasi sampel
- b. Analisis kadar air sampel
- c. Ekstraksi ultrasonik sampel
- d. Analisis kadar fenol total ekstrak bekatul
- e. Pembuatan larutan pereaksi
- f. Pembuatan nanopartikel ekstrak bekatul dengan metode gelasi ionik
- g. Analisis kadar fenol total nanopartikel ekstrak bekatul
- h. Uji karakterisasi nanopartikel dengan PSA dan FTIR

3.5 Pelaksanaan Penelitian

3.5.1 Preparasi Sampel

Sampel yang digunakan berupa bekatul dari jenis beras putih. Sebanyak 100 gram sampel diayak menggunakan ayakan 40 mesh dan dibungkus dengan aluminium foil. Selanjutnya, sampel dioven pada suhu 110 °C selama 15 menit, kemudian didinginkan pada suhu ruang. Sampel yang telah kering disimpan untuk proses ekstraksi (Izzani, 2020).

3.5.2 Penentuan Kadar Air Secara Thermogravimetri

Sampel yang telah dipreparasi, selanjutnya dilakukan penetapan kadar airnya. Disiapkan cawan porselen kemudian dioven pada suhu 100-105°C sekitar 15 menit untuk menghilangkan kadar air yang terdapat pada cawan porselen. Kemudian, cawan porselen kering disimpan dalam desikator selama 10 menit, kemudian ditimbang berat cawan porselen kosong hingga diperoleh berat cawan yang konstan. Selanjutnya ditimbang dan dimasukkan 5 gram sampel bekatul ke dalam cawan porselen dan dioven pada suhu 100-105 °C sekitar 15 menit untuk menghilangkan kadar air yang terdapat pada sampel. Kemudian sampel didinginkan dalam desikator selama 10 menit dan ditimbang kembali hingga diperoleh berat konstan. Kadar air dalam bekatul dapat dihitung menggunakan persamaan (3.1) (AOAC., 1984).

$$\text{Kadar air} : \frac{b-c}{b-a} \times 100 \% \dots\dots\dots (\text{persamaan 3.1})$$

Variabel (*a*) merupakan bobot cawan kosong, variabel (*b*) diperoleh dari penimbangan bobot gabungan sampel dan cawan sebelum dikeringkan, sedangkan variabel (*c*) didapatkan dari penimbangan kembali cawan yang berisi sampel setelah melalui proses pengeringan dalam oven.

3.5.3 Ekstaksi Ultrasonik Bekatul

Sampel bekatul ditimbang sebanyak 90 gram dan dimasukkan kedalam erlenmeyer dan ditambahkan 450 ml pelarut etanol 70% (1:5) b/v. Campuran tersebut dimasukan ke dalam alat ultrasonik dengan frekuensi 50 Hz suhu 60 °C

selama 30 menit. Filtrat disaring dengan kertas saring terhadap residunya, kemudian diuapkan dengan menggunakan *vacuum rotary evaporator* pada 50 °C sampai sebagian besar pelarutnya hilang (Hikmawanti, dkk., 2021). Selanjutnya ekstrak kental ditimbang dan dihitung rendemennya menggunakan persamaan 3.2 (Rifkia & Prabowo, 2020).

$$\% \text{ Rendemen} = \frac{\text{Berat Ekstrak}}{\text{Berat Sampel}} \times 100\% \dots\dots\dots 3.2$$

3.5.4 Analisis Kadar Fenol Total Ekstrak Bekatul

Ekstrak bekatul ditimbang sebanyak 0,05 gram dan dilarutkan sampai 10 ml dengan aquades sehingga dihasilkan konsentrasi 10 mg/ml. Larutan ekstrak tersebut diambil 0,1 mL dengan menggunakan mikro pipet dan kemudian dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Ditambahkan 7,9 mL aquades dan 0,5 µL pereaksi Folin-Ciocalteu ke dalam tabung reaksi, lalu dihomogenkan selama 1 menit dan didiamkan selama 8 menit. Kemudian ditambahkan 1,5 mL Na₂CO₃ 10% lalu dihomogenkan selama 1 menit dan didiamkan selama 2 jam. Selanjutnya dilakukan pengukuran dengan spektrofotometer UV-Vis sinar tampak dengan panjang gelombang 669,9 nm. Nilai absorbansi yang ke dalam persamaan regresi larutan standar asam galat sehingga diperoleh kadar fenol total yang ditunjukkan dengan miligram asam galat ekuivalen per gram minyak (mg GAE/g) (Barki, dkk., 2017), (Setyati, dkk., 2020), dan (Sukmawaty & Nur, 2019).

3.5.5 Pembuatan Larutan Pereaksi

3.5.5.1 Pembuatan Larutan Kitosan 0,08%

Dimasukkan 100 mL asam asetat 1% ke dalam gelas beker 250 mL. Selanjutnya dimasukkan 0,08 g kitosan yang kemudian diaduk dengan *magnetic stirrer* hingga kitosan terlarut.

3.5.5.2 Pembuatan Larutan Kitosan 0,10%

Dimasukkan 100 mL asam asetat 1% ke dalam gelas beker 250 mL. Selanjutnya dimasukkan 0,10 g kitosan yang kemudian diaduk dengan *magnetic stirrer* hingga kitosan terlarut.

3.5.5.3 Pembuatan Larutan Kitosan 0,12%

Dimasukkan 100 mL asam asetat 1% ke dalam gelas beker 250 mL. Selanjutnya dimasukkan 0,12 g kitosan yang kemudian diaduk dengan *magnetic stirrer* hingga kitosan terlarut.

3.5.5.4 Pembuatan Larutan NaTPP 0,01%

Ditambahkan 0,035 g NaTPP ke dalam 350 mL aquades menggunakan gelas beker 500 mL. Larutan tersebut diaduk dengan *magnetic stirrer* hingga terlarut (Natasya, 2018).

3.5.6 Pembuatan Nanopartikel Ekstrak Etanol Bekatul (*Rice bran*)

Ditimbang 0,25 gram nanopartikel ekstrak bekatul. Ekstrak bekatul kemudian dilarutkan dalam 8,75 mL etanol 96% dicampur dengan 3,7 mL aquades dalam gelas beker 1000 mL, kemudian ditambahkan dengan 25 mL larutan kitosan

dalam larutan asam asetat 1 %. Selanjutnya secara bertahap ke dalam campuran tersebut ditambahkan 87,5 mL NaTPP. Dilakukan pengadukan dengan *magnetic stirrer* selama kurang lebih 24 jam pada kecepatan yang stabil. Kemudian dilakukan *freeze drying* untuk menghasilkan serbuk nanopartikel, selanjutnya dilakukan karakterisasi serbuk halus nanopartikel yang dihasilkan (Kurniasari & Atun, 2017). Perbandingan konsentrasi kitosan dan NaTPP dalam (%) disajikan pada Tabel 3.1

Tabel 3.1 Perbandingan konsentrasi kitosan dan NaTPP

Formula	Kitosan (%)	NaTPP (%)	Rasio
A	0,08	0,01	8:1
B	0,10	0,01	10:1
C	0,12	0,01	12:1

3.5.7 Analisis Kadar Fenol Total Ekstrak Bekatul

Ekstrak bekatul ditimbang sebanyak 0,05 gram dan dilarutkan sampai 10 ml dengan aquades sehingga dihasilkan konsentrasi 10 mg/ml. Larutan ekstrak tersebut diambil 0,1 mL dengan menggunakan mikro pipet dan kemudian dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Ditambahkan 7,9 mL aquades dan 0,5 μ L pereaksi Folin-Ciocalteu ke dalam tabung reaksi, lalu dihomogenkan selama 1 menit dan didiamkan selama 8 menit. Kemudian ditambahkan 1,5 mL Na_2CO_3 10% lalu dihomogenkan selama 1 menit dan didiamkan selama 2 jam. Selanjutnya dilakukan pengukuran dengan spektrofotometer UV-Vis sinar tampak dengan panjang gelombang 669 nm. Nilai absorbansi yang ke dalam persamaan regresi larutan standar asam galat sehingga diperoleh kadar fenol total yang ditunjukkan dengan miligram asam galat ekuivalen per gram minyak (mg GAE/g) (Barki, dkk., 2017), (Setyati, dkk., 2020) dan (Sukmawaty & Nur, 2019).

3.5.8 Karakterisasi Nanopartikel Ekstrak Etanol Bekatul (*Rice bran*)

3.5.8.1 Karakterisasi Distribusi Ukuran Partikel

Nanopartikel ekstrak etanol bekatul dikarakterisasi menggunakan PSA untuk mengetahui ukuran partikel yang dihasilkan. Sebelum digunakan, alat PSA dipanaskan terlebih dahulu selama ± 20 menit. Setelah itu, perangkat komputer yang terhubung dengan alat dinyalakan. Kemudian mulai dilakukan pengaturan pada alat. Untuk pertama kali digunakan cara otomatis dengan bentuk grafik distribusi *standard*. Larutan standar 20 kali pengenceran dikocok menggunakan *vortex mixer* selama ± 1 menit. Kemudian dimasukkan ke dalam cuvet bersih hingga terisi $2/3$ cuvet. Setelah itu cuvet yang berisi larutan standar di masukkan kedalam alat dan ditutup dengan sebuah sensor. Sebelum diukur, suhu dikondisikan terlebih dahulu pada $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ dengan menekan menu "*Temp.Panel*". Standar mulai diukur dengan menekan menu "*Auto1*". Maka secara otomatis alat akan mengukur besarnya ukuran partikel sebanyak enam kali pengukuran. Prosedur yang sama dilakukan terhadap larutan standar 200 kali pengenceran dan 2000 kali pengenceran. Prosedur selanjutnya menggunakan cara otomatis dengan bentuk distribusi *sharp*. Prosedur dilakukan sama dengan pada metode otomatis pertama, tetapi pengaturan grafik distribusi diganti dengan bentuk *sharp* (Nuraeni, dkk., 2013).

3.5.8.2 Karakterisasi Gugus Fungsi

Nanopartikel yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer infra merah dengan varian tipe FT 1000 untuk mengetahui gugus fungsi yang terkandung didalamnya. Pelet KBr dibuat terlebih dahulu, ditimbang 0,1 gram padatan KBr yang bebas dari kandungan air dan digerus sampai halus.

Kemudian di press pada tekanan 80 torr dan ditunggu sampai 10 menit hingga diperoleh pellet KBr yang siap digunakan. Selanjutnya sampel dimasukkan kedalam alat Infra Merah pada rentang gelombang 4000-400 cm^{-1} (Ulfa, 2016).

3.5.9 Analisis Data

3.5.9.1 Analisis PSA

Uji ukuran partikel dilakukan menggunakan mikroskop digital serta pengujian PSA. Sampel diukur distribusi diameternya menggunakan *VASCO Nano Particle Analyzer*. Hasil dari pengujian kemudian dibuat grafik dan dianalisis.

3.5.9.2 Analisis FTIR

Data berupa kromatogram pada komputer yang merupakan rangkaian dari alat FTIR. Kromatogram menunjukkan puncak serapan gugus fungsi pada rentang angka tertentu. Sehingga untuk mengetahui gugus fungsi yang terkandung didalam nanopartikel ekstrak bekatul diperlukan pembandingan dari penelitian sebelumnya (Ulfa, 2016).

BAB IV

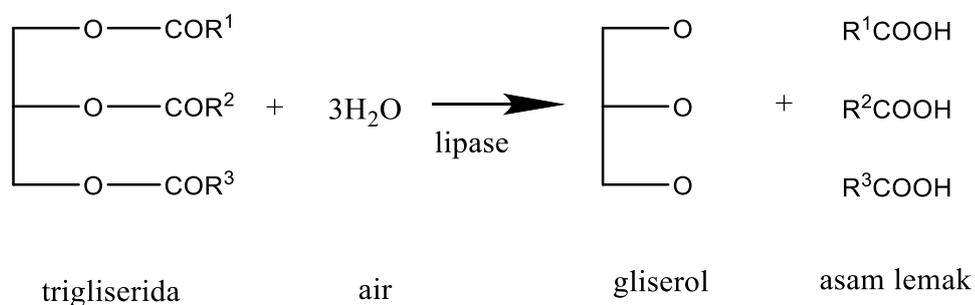
PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Sampel

Sampel yang digunakan berupa bekatul beras putih yang didapatkan dari penggilingan padi Lancar gang Keramat Jl. Sasando, Malang. Sebelum digunakan, bekatul diayak terlebih dahulu dengan ayakan sebesar 40 mesh agar didapatkan serbuk sampel yang homogen dan ukuran sampel semakin kecil dari sebelumnya. Semakin kecil ukuran sampel yang digunakan dalam proses ekstraksi akan menghasilkan luas permukaan yang semakin besar, hal ini dapat memudahkan interaksi sampel dengan pelarut saat dilakukan ekstraksi sehingga rendemen dan senyawa aktif yang didapatkan lebih banyak (Susanty & Fairus, 2016).

Selanjutnya dilakukan stabilisasi bekatul dengan pengovenan yang bertujuan untuk mengurangi kadar air dan menginaktifkan enzim lipase dan lipoksigenase (Herisetianis & Seftiono, 2022). Inaktivasi enzim ini perlu dilakukan karena enzim lipase dapat mengkatalisis proses hidrolisis lemak (trigliserida) menjadi gliserol dan asam lemak bebas dengan adanya air (Layly & Nita, 2016).

Berikut reaksi umum hidrolisis oleh enzim lipase



Gambar 4.1 Reaksi umum hidrolisis oleh enzim lipase

Asam lemak bebas kemudian akan dioksidasi oleh enzim lipoksigenase menghasilkan senyawa hidroperoksida yang dapat terurai menjadi keton, aldehid, dan asam. Senyawa-senyawa tersebut dapat menimbulkan rasa pahit dan langu. Selain itu hidroperoksida yang terbentuk juga dapat berinteraksi dengan protein, peptida dan asam amino sehingga menurunkan nilai gizi produk, umur simpan yang singkat, dan menghasilkan senyawa volatil dengan bau tidak enak yang menyengat (Santosa, dkk., 2005). Karakteristik bekatul setelah proses stabilisasi tidak jauh berbeda dari sebelumnya yaitu berwarna kecokelatan.



Gambar 4.2 Sampel bekatul setelah distabilisasi

4.2 Hasil Analisis Kadar Air

Setelah melalui proses stabilisasi, dilakukan analisis kadar air yang bertujuan untuk menentukan jumlah air yang terkandung di dalam bekatul. Menurut Harris, dkk. (2014) kadar air dapat menjadi indikator umur simpan suatu sampel, semakin rendah nilai kadar airnya maka semakin panjang umur simpan sampel tersebut namun sebaliknya semakin tinggi kadar air sampel maka umur simpannya semakin pendek. Persentase kadar air yang baik berkisar antara 3-7% dimana pada rentang kadar tersebut selain dapat menghambat pertumbuhan mikroba juga berfungsi mengurangi reaksi kimia seperti menghambat reaksi perubahan pigmen

kecokelatan (*browning*), hidrolisis dan oksidasi lemak yang menyebabkan munculnya bau tengik pada bekatul (Luthfianto, dkk., 2017).

Metode Thermogravimetri atau metode pengeringan oven digunakan dalam penentuan kadar air bekatul pada penelitian ini. Sampel bekatul dipanaskan (dikeringkan) pada suhu 105 °C sehingga terjadi penguapan air maka ukuran berat dari sampel bekatul menjadi berkurang. Sampel dipanaskan hingga memiliki ukuran berat yang tetap. Ukuran berat sebelum dipanaskan dikurangi dengan ukuran berat sesudah dipanaskan adalah ukuran berat air (Ahadi, dkk., 2018).

Hasil penelitian menunjukkan kadar air sampel sebesar 5,6% (*b/b*). Nilai kadar ini sesuai dengan penelitian Jannah, dkk. (2020) yang menyatakan bahwa kadar air sampel dibawah 10% (*b/b*) dapat menghambat reaksi enzimatik yang menyebabkan penguraian senyawa aktif pada sampel. Berdasarkan SNI 01-2891-1992, persyaratan mutu bekatul yang baik antara lain kadar air dibawah 10%. Menurut Azwanida (2015) semakin kecil kadar air suatu sampel, maka semakin mudah pelarut untuk mengekstrak komponen senyawa aktif.

4.3 Hasil Ekstraksi Bekatul

Ekstraksi dilakukan dengan metode sonikasi menggunakan pelarut etanol 96 %. Serbuk bekatul diekstraksi menggunakan gelombang ultrasonik yang memiliki frekuensi dan getaran tinggi, yaitu 20 kHz. Prinsip kerja ekstraksi ini dengan mengamati sifat akustik gelombang ultrasonik yang dirambatkan melalui medium yang dilewati. Terdapat efek ganda yang dihasilkan dari perambatan gelombang ultrasonik, yaitu pengacauan dinding sel sehingga membebaskan kandungan senyawa yang ada di dalamnya dan pemanasan lokal pada cairan

sehingga meningkatkan difusi ekstrak (Adhiksana, 2017). Saat gelombang merambat, medium yang dilewati akan mengalami getaran. Medium perambatan dengan cairan dikenal dengan nama ekstraksi *ultrasonic bath*. Getaran akan memberikan pengadukan intensif terhadap proses ekstraksi. Pengadukan akan meningkatkan osmosis antara bahan dengan pelarut sehingga akan meningkatkan hasil ekstraksi (Setyantoro, dkk., 2019).

Hasil ekstraksi dipisahkan menggunakan corong *buchner* agar proses penyaringan lebih cepat sehingga didapatkan filtrat berwarna kuning jernih. Filtrat dipekatkan dengan menggunakan *rotary evaporator*. Prinsip kerja dari *rotary evaporator* adalah menguapkan pelarut ekstraksi dengan pemanasan dibawah titik didih pelarut dan hanya meninggalkan senyawa hasil ekstraksi yang disebut ekstrak (Reo, dkk., 2007). Proses yang terjadi pada alat *rotary evaporator* membuat pelarut yang dipergunakan untuk ekstraksi akan menguap karena panas, keluar dari labu alas bulat dan masuk ke dalam kondensor, kondensor akan menangkap dan mendinginkan uap, uap pelarut yang dingin akan mengalir dan tertampung pada labu penampung sehingga dapat dipergunakan kembali untuk proses ekstraksi (Artini, dkk., 2022).

Pada proses ini dihasilkan ekstrak bekatul berwarna kuning kehijauan seperti pada Gambar 4.3. Berat ekstrak bekatul 9,1985 g dengan rendemen sebesar 10,2206%, hasil ini mendekati dengan penelitian Djaeni & Yuniar (2019) yang menunjukkan rendemen ekstrak bekatul sebesar 11,34%. Penelitian Tabaraki & Ashraf (2011) juga menunjukkan bahwa ekstraksi bekatul dengan metode ultrasonik menunjukkan rendemen sebesar 11%. Perbedaan besar randemen ini disebabkan karena adanya perbedaan varietas padi, jenis padi, letak geografis, dan

umur padi. Faktor-faktor tersebut menyebabkan perbedaan senyawa bioaktif yang terkandung pada padi, sehingga mempengaruhi randemen yang dihasilkan oleh ekstrak bekatul (Faizah, dkk., 2011).



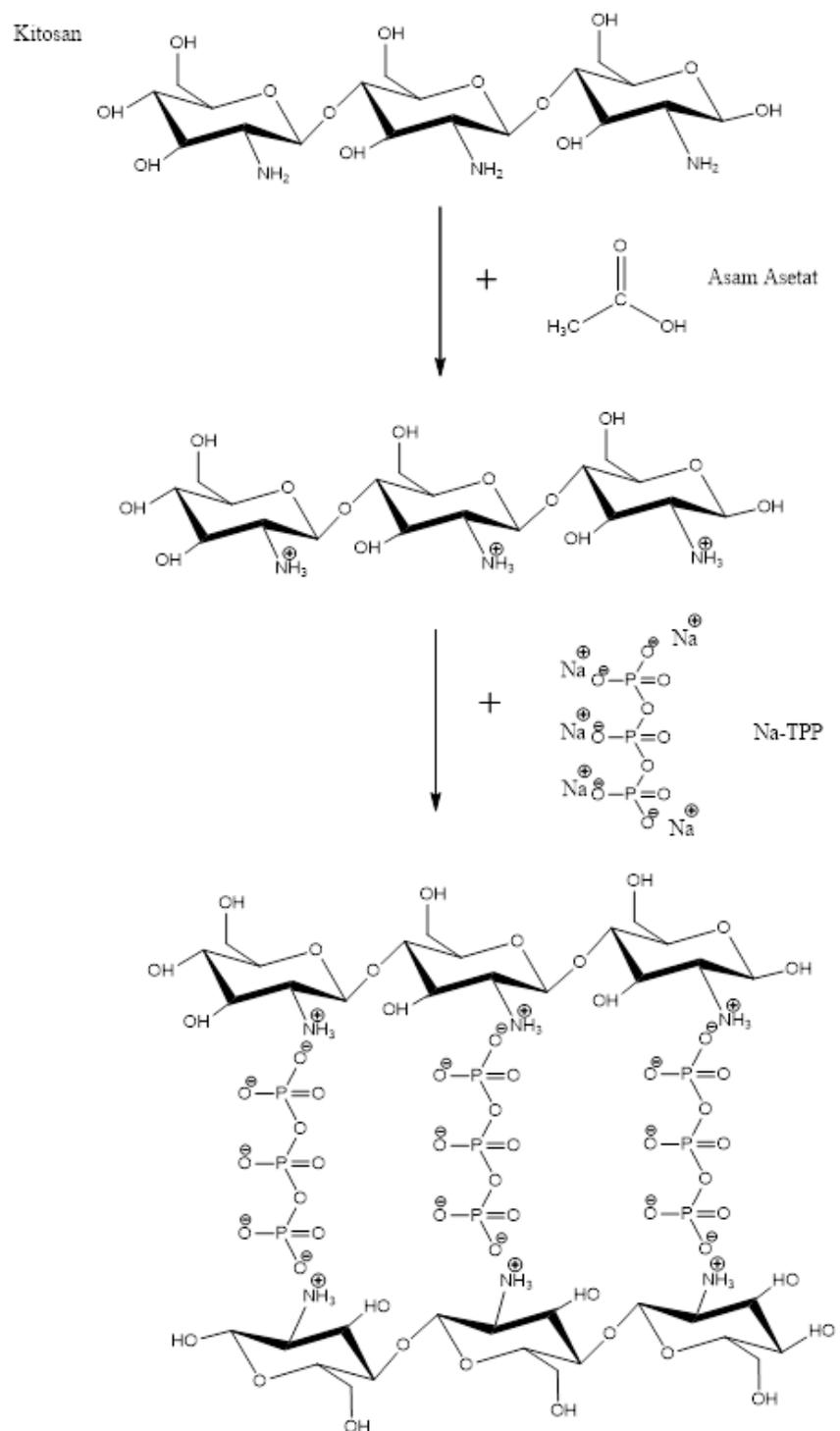
Gambar 4.3 Ekstrak bekatul beras putih

4.4 Pembuatan Nanopartikel Ekstrak Bekatul

Pembuatan nanopartikel ekstrak bekatul dan kombinasinya dilakukan menggunakan metode gelasi ionik. Metode ini menggunakan pasangan polimer berupa kitosan dengan tripolipospat (TPP). Mekanisme terbentuknya nanopartikel kitosan berdasarkan interaksi elektrostatik antara gugus amina pada kitosan dan gugus negatif dari polianion TPP sehingga menghasilkan produk nanopartikel.

Pembentukan nanopartikel diawali dengan melarutkan kitosan dalam asam asetat. Asam asetat dapat melarutkan kitosan yang tidak dapat larut dalam larutan netral atau basa, tetapi larut dalam asam-asam organik dengan pH sekitar 4-6,5 (Dompeipen, 2017). Gugus amina ($-NH_2$) pada kitosan terprotonasi oleh H^+ yang dilepaskan oleh asam menjadi bermuatan positif ($+NH_3$) ketika kitosan dilarutkan dalam asam asetat glasial melalui reaksi protonasi, sedangkan NaTPP dilarutkan dalam aquades yang menyebabkan terjadinya disosiasi menghasilkan anion tripolifosfat $H_3P_3O_{10}^{2-}$ (Amaliyah, dkk., 2018). Tahap berikutnya pencampuran

ekstrak bekatul dengan larutan kitosan dan larutan NaTPP, kemudian dihomogenkan menggunakan *magnetic stirrer* sehingga diperoleh larutan berwarna putih susu (membentuk suspensi nanopartikel). *Magnetic stirrer* digunakan dalam proses homogenisasi karena dapat mengendalikan larutan secara merata dengan kecepatan tinggi menghasilkan partikel-partikel yang homogen, stabil dan tidak terjadi aglomerasi sehingga dalam proses pengeringan yang terbentuk partikel nano yang stabil (Irianto dan Muljannah, 2011). Pencampuran larutan kitosan dan TPP menyebabkan reaksi sambung silang secara ionik terjadi antara ion tripolifosfat yang merupakan polianion dan gugus $-NH^{3+}$ sebagai kation dari kitosan (Ningsih, dkk., 2010). Penambahan TPP menyebabkan pembentukan partikel secara spontan, menurunkan ukuran nanopartikel kitosan dan meningkatkan kekuatan matriks kitosan sehingga nanopartikel yang dihasilkan semakin kuat dan sulit terpecah (Nadia, dkk., 2014). Ikatan silang yang terbentuk pada NaTPP dan kitosan pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Reaksi NaTPP dan kitosan (Mi, dkk., 1999 dalam Putri, dkk., 2018)

Ikatan silang pada Gambar 4.4 memicu terbentuknya partikel-partikel koloid kitosan yang berukuran nano karena terjadi proses penggulungan

intramolekuler pada rantai kitosan untuk meminimalkan kontak dengan pelarut (Gan, dkk., 2005) Jaringan polielektrolit silang antara kitosan dan TPP memiliki rongga-rongga atau pori-pori yang dapat menjerat molekul-molekul ekstrak di dalamnya melalui mekanisme difusi dan adsorpsi fisik, sehingga terbentuk nanopartikel ekstrak terperangkap di dalam matriks kitosan-TPP (Zhang, dkk., 2016). Dengan demikian, perangkapan ekstrak oleh nanopartikel kitosan-TPP didorong oleh gaya difusi serta interaksi elektrostatik antara gugus fenolik O-H ekstrak dengan gugus amina terprotonasi pada permukaan nanopartikel kitosan (Sánchez, dkk., 2022).

Setelah pengadukan dengan *stirrer* selama 24 jam, dilakukan *freeze drying* pada campuran larutan yang telah dihasilkan. *Freeze drying* merupakan metode yang didasarkan pada prinsip sublimasi yaitu proses perubahan fasa zat padat menjadi gas tanpa memasuki fase cair (Azwanida, 2015). Mekanisme *freeze drying* terdiri dari proses pembekuan, pengeringan primer, dan pengeringan sekunder. Pembekuan untuk menghasilkan kristal es, kemudian pengeringan primer melalui penurunan tekanan dan kenaikan suhu secara bertahap sehingga terjadi sublimasi, dan pengeringan sekunder untuk menguapkan sisa pelarut (Flink, 1977). Proses ini berguna untuk mengilangkan kandungan zat cair pada campuran sehingga didapatkan nanopartikel ekstrak bekatul kering berwarna kekuningan.



Gambar 4.5 Nanopartikel Ekstrak bekatul

4.5 Hasil Analisis Kadar Fenol

4.5.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Standar Asam Galat

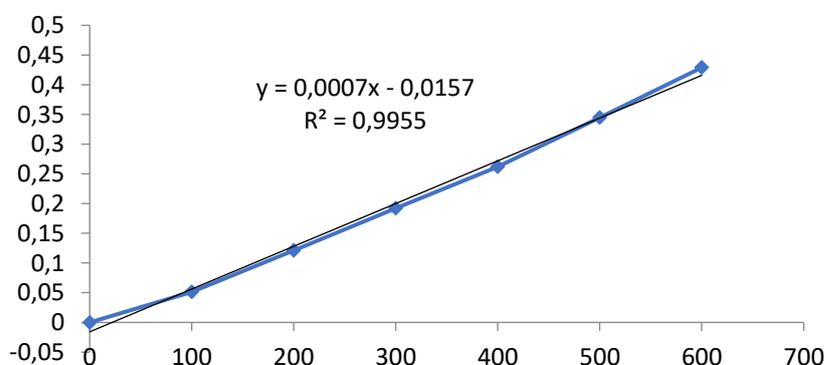
Menurut Saptari, dkk. (2019) Penentuan kadar fenol suatu sampel harus dilakukan pada panjang gelombang maksimum agar diketahui besar panjang gelombang yang diperlukan asam galat untuk mencapai serapan maksimum. Asam galat digunakan sebagai standar analisis kualitatif untuk menentukan panjang gelombang maksimum. Panjang gelombang maksimum akan menghasilkan absorbansi paling besar atau tinggi.

Panjang gelombang maksimum yang didapatkan adalah 669,9 nm. Nilai ini sesuai dengan penelitian Tahir, dkk. (2019) dimana pengukuran panjang gelombang maksimum dilakukan menggunakan instrumen spektrofotometer pada rentang panjang gelombang 400-800 nm menghasilkan panjang gelombang maksimum asam galat 662,85 nm. Sehingga dapat disimpulkan bahwa panjang gelombang maksimum yang diperoleh dapat digunakan untuk menentukan kadar fenol total nanopartikel ekstrak bekatul.

4.5.2 Pengukuran Kurva Kalibrasi

Kurva kalibrasi ditentukan untuk mendapatkan persamaan linearitas antara absorbansi dengan konsentrasi asam galat serta menunjukkan besarnya konsentrasi larutan sampel dari hasil pengukuran (Rahayu, 2015). Kadar fenol total pada sampel larutan dapat diperoleh dengan mudah melalui persamaan regresi dari kurva kalibrasi. Standar asam galat dalam penelitian ini dibuat dalam beberapa deret konsentrasi antara lain 100, 200, 300, 400, 500, dan 600 ppm.

Pada Gambar 4.6 dapat dilihat bahwa absorbansi berbanding lurus dengan konsentrasi yang mengikuti persamaan regresi linier. Dari pemeriksaan larutan standar asam galat didapat kurva kalibrasi dengan persamaan regresi $y = 0,0007x - 0,0157$ dan harga koefisien korelasi (r) sebesar 0,9977. Berdasarkan nilai (r) yang diperoleh dapat dibuktikan bahwa metode analisis yang digunakan telah memenuhi syarat linearitas karena nilai koefisien korelasi yang semakin mendekati angka 1 menandakan bahwa suatu kurva kalibrasi menghasilkan garis yang linear dan kesalahan yang dapat terjadi antara 2 variabel yang berhubungan yaitu absorbansi dan konsentrasi semakin kecil (Sukmawaty & Nur, 2019).



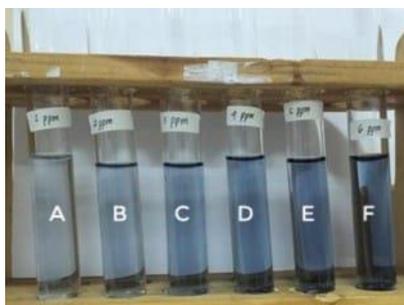
Gambar 4.6 Kurva Standar Asam Galat.

4.5.3 Hasil Penentuan Kadar Total Fenol (KTF) Ekstrak Bekatul dan Nanopartikel Ekstrak Bekatul dalam Beberapa Variasi Konsentrasi Kitosan

Penentuan KTF dilakukan pada ekstrak bekatul dan pada nanopartikel ekstrak bekatul, hal ini bertujuan untuk membandingkan KTF sebelum dan sesudah ekstrak bekatul menjadi nanopartikel. Kadar total fenol ditentukan dengan metode Folin-Ciocalteu melalui reaksi reduksi-oksidasi (Blainski, dkk., 2013). Metode ini sering digunakan karena pengerjaannya yang cukup sederhana dan reagen Folin-Ciocalteu digunakan karena senyawa fenolik dapat bereaksi dengan Folin membentuk larutan yang dapat diukur absorbansinya (Tahir, dkk., 2019).

Asam galat digunakan sebagai larutan standar atau pembanding yang merupakan salah satu senyawa fenolik alami dan stabil. Asam galat merupakan turunan dari asam hidroksibenzoat yang tergolong asam fenol sederhana serta merupakan senyawa polifenol yang terdapat di hampir semua tanaman (Nofitasari, 2018). Asam galat direaksikan dengan reagen Folin-Ciocalteu menghasilkan warna kuning yang menandakan bahwa suatu sampel mengandung fenolik, setelah itu ditambahkan dengan larutan Na_2CO_3 sebagai pemberi suasana basa. Selama reaksi berlangsung, gugus hidroksil pada senyawa fenolik mereduksi senyawa fosfomolibdat fosfotungstat dalam Folin-Ciocalteu sehingga terbentuk molybdenum berwarna biru yang dapat dideteksi dengan spektrofotometer (Tursiman, dkk., 2012). Warna biru yang terbentuk akan semakin pekat, setara dengan konsentrasi ion fenolak yang terbentuk, artinya semakin besar konsentrasi senyawa fenolik maka semakin banyak ion fenolak yang akan mereduksi asam heteropoli (fosfomolibdatfosfotungstat) menjadi kompleks molibdenumtungsten sehingga warna yang dihasilkan semakin pekat (Tahir dkk., 2019). Perbedaan

warna setiap konsentrasi ditunjukkan pada Gambar 4.7



Gambar 4.7 Perbedaan warna setiap konsentrasi asam galat 1 ppm (A), 2 ppm (B), 3 ppm (C), 4 ppm (D), 5 ppm (E), dan 6 ppm (F)

Kadar fenol pada ekstrak bekatul dan nanopartikel dengan variasi konsentrasi kitosan ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Kadar fenol pada ekstrak bekatul dan nanopartikel

Jenis sampel	Kadar fenol (mg GAE/gr)
Ekstrak	2514,3
Nanopartikel (0,08 % kitosan)	1665,7
Nanopartikel (0,10 % kitosan)	1790,0
Nanopartikel (0,12 % kitosan)	1580,0

Tabel 4.1 menunjukkan bahwa kadar tertinggi fenol pada nanopartikel ekstrak bekatul dengan konsentrasi 0,10% yaitu 1790 mg GAE/gr. Hasil diatas juga menunjukkan bahwa kandungan fenol pada bentuk ekstrak lebih tinggi dibandingkan pada bentuk nanopartikelnya. Secara kualitatif sampel bentuk nanopartikel kitosan mengandung senyawa fenol lebih sedikit dibandingkan bentuk ekstraknya.

Penurunan kadar fenol pada nanopartikel ekstrak bekatul dapat disebabkan karena interaksi ionik antara gugus amina ($-\text{NH}^{3+}$) dari kitosan dengan ion tripolifosfat dari NaTPP yang menyebabkan perubahan struktur dan penurunan kelarutan senyawa fenolik, sehingga kadar fenol total berkurang (Zhang, dkk., 2016). Adanya *crosslinking* menyebabkan rantai-rantai polimer saling terhubung dan terjalin membentuk jaringan polimer yang lebih rapat. Kepadatan ikatan silang yang meningkat ini membatasi ruang gerak dan fleksibilitas dari masing-masing rantai polimer sehingga tidak dapat bergerak bebas lagi. Ruang kosong antar rantai polimer juga berkurang akibat terjadinya *crosslinking*. Akibatnya, difusi pelarut ke dalam matriks nanopartikel untuk mengekstraksi senyawa fenol juga berkurang, yang berdampak pada penurunan kadar fenol terdeteksi (Utami, 2017). Selain itu, pengadukan yang terlalu kencang dan waktu pengadukan yang lama dapat menyebabkan kerusakan atau degradasi senyawa fenolik dalam nanopartikel akibat tekanan dan gesekan mekanis yang tinggi selama proses pengadukan (Tiyaboonchai, 2013). Akibatnya, kadar senyawa fenol dalam nanopartikel setelah pengadukan cenderung lebih rendah dibandingkan sebelum pengadukan.

Bentuk nanopartikel memberikan sejumlah keuntungan meskipun kandungan fenol total berkurang akibat proses nanoenkapsulasinya namun tetap lebih baik dibanding bentuk ekstrak alami bebasnya. Hal ini didukung dengan penelitian Ribeiro, dkk. (2015) yang menunjukkan nanoenkapsulasi meningkatkan bioavailabilitas fenol dalam saluran cerna, meskipun kadarnya lebih sedikit. Diduga karena peningkatan kelarutan dan permeabilitas nanopartikel. Kinetika pelepasan fenol dari nanopartikel ke tubuh lebih terkontrol dibandingkan pelepasan dari ekstrak bebas (Ma, dkk., 2013). Menurut Belščak-Cvitanović, dkk. (2016), bentuk

nanopartikel dapat melindungi senyawa fenol dari degradasi asam lambung dan enzim usus, menjaga stabilitas dan fraksi yang diserap. Efek biologis aktivitas antioksidan plasma lebih terjaga dengan konsumsi nanopartikel fenol walaupun dalam jumlah lebih sedikit, dibanding ekstrak bebas (Ahmed, dkk., 2016). Selain itu, nanopartikel juga berperan dalam pemberian obat yang ditargetkan pada lokasi kanker sehingga menghindari efek toksik pada jaringan dan organ normal lainnya (Hossen, dkk., 2019).

Hal yang dapat dilakukan untuk meminimalisir penurunan kadar fenol adalah dengan mengoptimasi metode nanopartikelisasi dan kondisi nanopartikelisasi seperti pH dan lama pengadukan (Ma, dkk., 2013). Penyimpanan nanopartikel juga perlu diperhatikan untuk menghindari penurunan kadar fenol akibat degradasi oksidatif maupun hidrolitik dari senyawa fenolik oleh berbagai faktor. Penelitian Zou, dkk. (2016) menunjukkan penyimpanan nanopartikel kitosan-bekatul pada suhu 4°C selama 12 minggu hanya menyebabkan penurunan kadar fenol sebesar 5,1%. Sedang suhu 25°C penurunannya 11,7% karena suhu dingin dapat menekan laju degradasi fenol. Menurut Belščak-Cvitanović, dkk. (2016) pengemasan dalam aluminium foil dan penyimpanan beku -18°C mampu mempertahankan kandungan fenol nanopartikel hingga >90% bahkan selama 52 minggu.

4.6 Hasil Analisis *Particle Size Analyzer* (PSA) Senyawa Nanopartikel Ekstrak Bekatul

Hasil penelitian yang menunjukkan sampel dengan ukuran nanopartikel (<100 nm) yang paling kecil adalah formula C, yaitu formula dengan rasio konsentrasi kitosan dan NaTPP (12:1), kitosan 0,12% dan NaTPP 0,01%. Diperoleh

ukuran nanopartikel 20,29 nm. Hasil pengukuran PSA dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Hasil pengukuran PSA nanopartikel

% Kitosan	Nanopartikel		Mikropartikel		IPD
	Ukuran (nm)	%	Ukuran (nm)	%	
0,08	23,79 ± 9,40	80,0	4442 ± 911,90	20,0	0,211
0,10	27,66 ± 12,79	70,3	4870 ± 692,60	22,4	0,331
0,12	20,29 ± 12,01	81,0	177,90 ± 53,82	7,3	
			3164 ± 1325,00	19,0	0,176

Pengukuran dengan menggunakan PSA dilakukan pada 3 formula dengan konsentrasi NaTPP sama yaitu 0,01 %. Formula pertama dengan konsentrasi kitosan 0,08 menghasilkan ukuran nanopartikel 23,79 nm dengan persentase 80%, formula kedua dengan konsentrasi kitosan 0,10% ukuran nanopartikel yang dihasilkan adalah 27,66 nm dengan persentase sebesar 70,3% sedangkan formula ketiga dengan konsentrasi kitosan 0,12% ukuran nanopartikel yang dihasilkan adalah 20,29 nm dan persentasenya sebesar 81%. Komposisi paling optimal pada pembuatan nanopartikel ekstrak etanol bekatul kitosan NaTPP adalah komposisi pada formula C dengan rasio kitosan dan NaTPP 12:1. Ketiga formula tersebut sudah masuk dalam rentang ukuran nanopartikel yaitu 1-100 nm yang menunjukkan bahwa dalam penelitian ini sudah terbentuk partikel dengan ukuran nano.

Selain nanopartikel yang terdeteksi pada Instrumen PSA, persentase sisanya adalah mikropartikel yang merupakan partikel berukuran >100 nm . Pada konsentrasi kitosan 0,8% menghasilkan mikropartikel berukuran 4442 nm, konsentrasi kitosan 0,10% menunjukkan adanya mikropartikel yang berukuran 4870 dan 177,9 nm, selanjutnya pada konsentrasi kitosan 0,12% menghasilkan mikropartikel berukuran 3164 nm. Mikropartikel dapat terbentuk karena partikel

nano cenderung membentuk gumpalan (aglomerasi) akibat adanya gaya tarik van der Waals antar partikel (Murdock, dkk., 2008). Aglomerasi ini terdeteksi oleh instrumen sebagai satu partikel mikro. Populasi ganda partikel nano dan mikro dapat terjadi jika sistem mengalami nukleasi berulang pada skala waktu berbeda (Baalousha, dkk., 2014). Kondisi ini dapat menyebabkan deteksi lebih dari satu ukuran partikel. Aglomerasi dapat diatasi dengan penambahan surfaktan seperti Tween 80 atau Sodium Dodecyl Sulfate (SDS) yang dapat meningkatkan stabilitas koloid dengan memodifikasi permukaan nanopartikel sehingga gaya tolak-menolak antar partikel meningkat (Shaban, dkk. 2020). Pemisahan agregat dapat dilakukan dengan proses sonikasi dengan gelombang ultrasonik sehingga meningkatkan kestabilan dan mencegah aglomerasi nanopartikel (Pradhan, dkk., 2016). Selain itu pengaturan pH juga dapat meminimalkan gaya tarik menarik antar nanopartikel sehingga tidak terjadi aglomerasi (Kumar & Dixit, 2017).

Pada dasarnya semakin tinggi konsentrasi kitosan dengan jumlah NaTPP yang sama menyebabkan peningkatan ukuran partikel disebabkan aglomerasi pada molekul kitosan karena partikel yang terbentuk dari interaksi kitosan dan NaTPP lebih banyak dan semakin padat, sehingga partikel cenderung bergerombol dan beraglomerasi membentuk agregat menjadi partikel yang lebih besar berukuran mikro (Wahyono, 2010).

Namun pada penelitian ini ukuran nanopartikel tidak berbanding lurus dengan konsentrasi kitosan, hal ini dapat disebabkan beberapa faktor seperti kondisi pH dan kecepatan pengadukan *stirrer*. Perbedaan pH akan memengaruhi ionisasi kitosan yang akan memengaruhi pada kekuatan ikatan pada kompleks nanopartikel yang terbentuk (Lopez-Leon dkk., 2005). Pada pH rendah tripolifosfat banyak

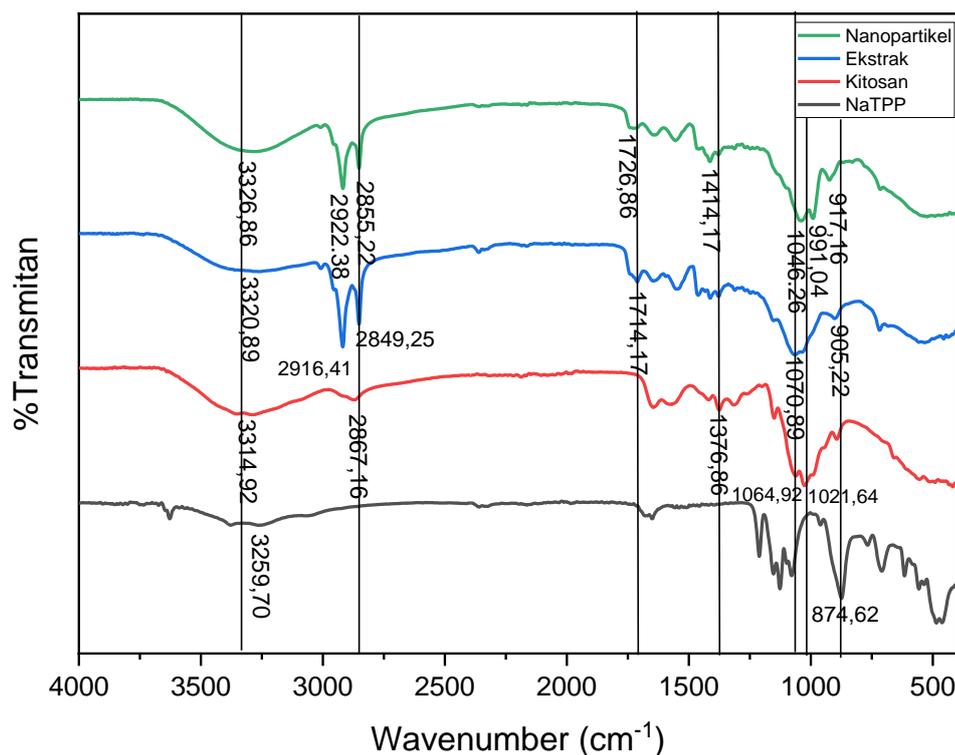
terionisasi ke dalam bentuk ion tripolifosfat dibandingkan dengan ion hidroksil, sedangkan pada pH basa sebaliknya, sehingga pada pH basa terbentuknya ikatan silang semakin rendah dan menyebabkan ukuran partikel menjadi lebih besar. Menurut penelitian Gan, dkk. (2005) ukuran nanopartikel semakin mengecil dengan meningkatnya kecepatan pengadukan. Pengadukan yang lebih cepat membantu dispersi TPP ke dalam larutan kitosan sehingga reaksi pembentukan nanopartikel lebih cepat. Penelitian yang dilakukan Moura, dkk. (2011) juga menunjukkan bahwa peningkatan kecepatan pengadukan 400-2000 rpm menghasilkan penurunan ukuran nanopartikel kitosan-TPP secara signifikan dari 526 nm ke 83 nm.

Indeks polidispersitas (IPD) adalah ukuran dari distribusi massa molekul dalam sampel tertentu. Semakin kecil nilai IPD maka menggambarkan semakin stabil juga formula dari suatu sediaan yang dibuat, hal ini dikarenakan semakin besar nilai PDI menunjukkan partikel yang terbentuk tidak seragam, sehingga formula akan terflokulasi dengan cepat. Hasil indeks polidispersitas yang paling baik dihasilkan oleh formula dengan penggunaan kitosan 0,12% yaitu 0,176. Sedangkan formula dengan penggunaan kitosan 0,08% dan 0,10% memiliki nilai indeks polidispersitas 0,221 dan 0,260. Nilai IPD ketiga formula ini masuk dalam rentang nilai tengah dari indeks polidispersitas yaitu 0,08-0,7, ini adalah kisaran atas yang mana algoritma distribusi beroperasi paling baik. Jika nilai indeks polidispersitas $>0,7$ menunjukkan distribusi yang sangat luas dari ukuran partikel dan kemungkinan akan terjadi sedimentasi (Akbari, dkk., 2011).

4.7 Hasil Analisis FTIR

Sampel nanopartikel ekstrak bekatul pada konsentrasi fenol tertinggi selanjutnya dianalisis menggunakan instrumen FTIR. Tujuan karakterisasi menggunakan FTIR untuk mengidentifikasi kemungkinan gugus fungsi yang terdapat dalam senyawa nanopartikel ekstrak bekatul. Selain itu, hasil analisis dengan FTIR juga dapat digunakan untuk membedakan gugus fungsi pada setiap sampel melalui pergeseran puncak berupa puncak-puncak spektrum yang akan muncul pada bilangan gelombang dan intensitas transmitan tertentu. Analisis dengan FTIR menunjukkan adanya vibrasi gugus fungsi yang terdapat dalam sampel. Vibrasi dari setiap sampel akan berbeda karena gugus fungsi yang dimiliki setiap sampel juga memiliki perbedaan. Analisis ini berdasarkan panjang gelombang disetiap puncak. Hasil pengujian FTIR ditunjukkan dengan spektrum inframerah yang berupa grafik berbentuk plot bilangan gelombang dan transmitan.

Pada penelitian ini analisis dengan instrumen FTIR juga melibatkan serbuk kitosan dan serbuk NaTPP sehingga dapat dibandingkan. Ketika nanopartikel ekstrak bekatul berinteraksi dengan kitosan dan NaTPP perubahan terlihat pada spektrum FTIR seperti pergeseran pita serapan. Perubahan ini dapat berupa indikasi ketercampuran yang baik antara polimer dan lainnya interaksi kimia.



Gambar 4.8 Hasil FTIR Nanopartikel, Ekstrak, kitosan, dan NaTPP

Berdasarkan Gambar 4.8 spektra nanopartikel ekstrak bekatul menampilkan serapan yang kuat dan melebar pada panjang gelombang $3326,86 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya serapan gugus O-H, gugus hidroksil ini dihasilkan dari kitosan, ekstrak bekatul beras putih, dan NaTPP (Kulkarni & Pokharkar, 2006). Selain itu gugus fungsi spesifik nanopartikel ekstrak bekatul menunjukkan adanya serapan-serapan pada bilangan gelombang yang merupakan karakter dari kitosan dan ekstrak bekatul yaitu adanya gugus C-H (Nurfazila, dkk., 2022). Karakteristik kitosan juga ditunjukkan dengan adanya gugus CH_3 (Kumirska, dkk., 2010) dan C-O (Silva, dkk., 2021). Gugus identik C=O pada ekstrak bekatul juga dapat dilihat pada spektra nanopartikel ekstrak bekatul (Sapuan, dkk., 2012). Gugus C-O-C teridentifikasi yang menunjukkan adanya karakteristik dari NaTPP, kitosan, dan

ekstrak bekatul. Sedangkan gugus P-O-P menunjukkan adanya karakteristik dari NaTPP pada nanopartikel ekstrak bekatul (Zhao, dkk., 2001).

Tabel 4.3 Intepretasi spektra IR

Nano Partikel	Ekstrak	Kitosan	NaTPP	Tipe Vibrasi	Bilangan gelombang (cm-1)
3326,86	3326,86	3314,92	3326,86	O-H <i>Streching</i>	4000-3200
2922,38	2916,41	-	-	C-H <i>Streching</i>	3000-2800
2855,22	2849,25	2867,16	-	C-H <i>Streching</i>	3000-2800
1726,86	1714,17	-	-	C=O <i>Streching</i>	1750-1700
1414,17	-	1376,86	-	CH ₃ <i>Bending</i>	1419-1377
1046,26	1070,89	1064,92	1126,11	C-O-C <i>Streching</i>	1310-1020
991,04	-	1021,64	-	C-O <i>Streching</i>	1025-1020
917,16	-	-	874,62	P-O-P <i>Streching</i>	950-820

Interaksi dari ekstrak bekatul dengan kitosan dan NaTPP ditandai dengan bergesernya bilangan gelombang pada gugus O-H dari 3314,92 (kitosan murni) menjadi 3326,86 cm⁻¹ pada bentuk nanopartikel ekstrak bekatul. Selanjutnya, pada serapan C-H juga mengalami pergeseran bilangan gelombang dari 2916,41 (ekstrak bekatul) menjadi 2922.38 cm⁻¹, sedangkan pada kitoan murni gugus C-H mengalami pergeseran dari 2867,16 menjadi 2855,22 cm⁻¹ Pergeseran bilangan gelombang pada 1714,17 (ekstrak bekatul) menjadi 1726,86 cm⁻¹ merupakan indikasi terjadinya interaksi antara ekstrak bekatul dengan kitosan dan NaTPP. Adanya interaksi kitosan dengan ekstrak bekatul ditandai dengan pergeseran bilangan gelombang dari 1376,86 menjadi 1414,17 cm⁻¹ dan pergeseran bilangan

gelombang dari 991,04 menjadi 1021,61 pada bentuk nanopartikelnya. Bilangan gelombang NaTPP mengalami pergeseran pada bentuk nanopartikel dari 874,62 menjadi 917,16 cm^{-1} menunjukkan bahwa NaTPP juga bereaksi dengan ekstrak bekatul.

4.8 Pembahasan Hasil Penelitian Bekatul dan Nanopartikel dalam Perspektif al-Qur'an

Keagungan dan kebesaran Allah adalah hal yang bersifat mutlak, dalam kehidupan sehari-hari dapat dijumpai betapa banyak tanda-tanda kebesaran-Nya, baik itu yang tersurat maupun yang tersirat, adapun yang tersurat adalah apa-apa yang terdapat di dalam kedua pedoman utama umat Islam, yaitu al-Quran dan as-Sunnah yang sering disebut sebagai *ayat qauliyah*, sedangkan yang tersirat adalah apa-apa yang dapat kita saksikan dalam kehidupan sehari-hari, baik dari kebesaran alam ini, bermacam-macam tumbuhan yang berbeda warna, rasa serta bentuknya atau, dalam hal ini disebut *ayat kauniyah* (Rusydi, 2016).

Allah SWT dalam al-Qur'an surat al-An'am ayat 95 menjelaskan bahwa atas karunia-Nya, Allah SWT telah menumbuhkan berbagai tumbuhan dan atas tumbuhan tersebut terdapat buah-buahan dan biji-bijian. Allah SWT yang Maha kuasa menumbuhkan sesuatu makhluk hidup dari benda mati dan sebaliknya menjadikan sesuatu yang mati dari makhluk hidup. Ayat tersebut berbunyi sebagai berikut:

إِنَّ اللَّهَ فَالِقُ الْحَبِّ وَالنَّوَى ۚ يُخْرِجُ الْحَيَّ مِنَ الْمَيِّتِ وَمُخْرِجُ الْمَيِّتِ مِنَ الْحَيِّ ۗ ذَلِكُمْ اللَّهُ ۚ فَآتَىٰ تَوْفِيقُونَ

Artinya: “*Sesungguhnya Allah menumbuhkan butir (padi-padian) dan biji (kurma). Dia mengeluarkan yang hidup dari yang mati dan mengeluarkan yang mati dari yang hidup. Itulah (kekuasaan) Allah, Maka mengapa kamu masih berpaling?*” (Q.S Al-An'am : 95).

Allah memberitahukan, bahwa Dia menumbuhkan biji dan benih tumbuh-tumbuhan. Artinya, Allah membelahnya di dalam tanah (yang lembab), kemudian dari biji-bijian tersebut tumbuhlah berbagai jenis tumbuh-tumbuhan, sedangkan dari benih-benih itu (tumbuhlah) buah-buahan dengan berbagai macam warna, bentuk dan rasa yang berbeda. Dalam ayat tersebut Allah juga menjelaskan bahwa Dia menumbuhkan tumbuh-tumbuhan yang hidup dari biji dan benih, yang merupakan benda mati.

Sebagai manusia kita harus senantiasa bersyukur atas segala nikmat yang diberikan Allah termasuk dengan adanya peran penting dari tumbuhan disekitar kita. Salah satu tanaman biji-bijian yang sangat bermanfaat untuk kelangsungan hidup manusia khususnya di daerah Indonesia adalah padi karena merupakan makanan pokok negara ini. Selain dikonsumsi untuk menghasilkan energi agar dapat beraktivitas, bagian kulit ari dari padi yang sering disebut dengan bekatul dapat diaplikasikan dalam beberapa bidang salah satunya dalam bidang pengobatan karena mengandung senyawa fenolik sebagai antioksidan dalam tubuh untuk mencegah dan mengobati penyakit kanker. Hal ini sesuai sabda Rasulullah SAW.

إن الله تعالى أنزل الداء والدواء وجعل لكل داء دواءً فتداؤوا ولا تداؤوا بالحرام

Dari Abu Darda' Radhiyaallahu Anhu berkata, bersabda Rasulullah SAW: *“Sesungguhnya Allah telah menurunkan setiap penyakit dengan obatnya, dan menjadikan setiap penyakit pasti ada obatnya, maka berobatlah kalian, dan janganlah kalian berobat dengan yang haram”*. (HR. Abu Daud).

Rasulullah SAW menganjurkan kepada umatnya untuk berobat dari penyakit karena tidak ada penyakit tanpa obat. Tugas manusia adalah untuk menemukan obat dari berbagai penyakit tersebut. Manusia diberikan akal agar berfikir dan terus belajar untuk mengembangkan pengetahuan termasuk dalam

bidang pengobatan, melalui pengetahuannya manusia juga dapat membedakan mana yang halal dan mana yang haram untuk dijadikan sebagai konsumsi obat.

Bekatul diekstrak terlebih dahulu kemudian dijadikan nanopartikel agar mudah diaplikasikan sebagai obat. Nanopartikel merupakan bentuk pengembangan dari observasi yang telah dilakukan peneliti untuk meningkatkan manfaat dari bekatul bers putih. Untuk mengetahui konsentrasi terbaik dari bahan pereaksi yang akan menghasilkan produk nanopartikel terbaik diperlukan variasi komposisi larutan pereaksi. Surah Al-A'la ayat 2-3 menjelaskan tentang menciptakan dan menyempurnakan ciptaan-Nya termasuk menyempurnakannya pun memberikan suatu takaran yang sesuai. Pernyataan ini menegaskan bahwa Allah SWT tidak serta merta dalam menciptakan sesuatu melainkan sesuai dengan kadar yang telah Allah kehendaki.

الَّذِي خَلَقَ فَسَوَّىٰ ۖ وَالَّذِي قَدَّرَ فَهَدَىٰ

Artinya: “yang menciptakan, dan menyempurnakan (penciptaan-Nya), dan yang menentukan kadar (masing-masing) dan memberi petunjuk”. (QS. Al-A'la: 2-3).

Semua hal sudah diatur oleh Allah SWT dengan sangat sempurna bahkan untuk semua takaran kadarnya. Sehingga kita sebagai *Khalifah* yang diberi akal pikiran harus selalu merenungi bahwa segala hal yang kecil dan besar adalah ciptaan dari yang maha besar yakni Allah SWT yang mana dari ciptaan-Nya kita dapat menggali sedikit demi sedikit manfaat dan keilmuan yang begitu besar bagi kehidupan di bumi atas kehendak Allah SWT sebagai tanda kekuasaan-Nya. Kesadaran sebagai makhluk Allah SWT untuk menjaga kelestarian alam dan lingkungannya sangat penting diterapkan sebagai wujud syukur dengan cara membiasakan hal-hal sederhana seperti: tidak membuang sampah sembarangan

serta tidak membuang limbah ke aliran sungai yang menyebabkan kerusakan terhadap lingkungan perairan.

Sebagai dzat satu-satunya yang menciptakan bumi dan seisinya (*al-khaliq*) Allah SWT telah menunjukkan kebesaran-Nya melalui penciptaan alam semesta. Allah SWT sebagai sumber kehidupan (*al-muhyi*) yang menjadi peringatan kepada manusia agar tidak berpaling dari ketuhanan dan menyembah selain Allah. Semua makhluk berasal dari-Nya dan akan kembali kepada-Nya. Allah SWT adalah dzat yang maha mengetahui (*al-'alim*) setiap hal yang terjadi termasuk perilaku manusia di bumi sehingga kita sebagai makhluk Allah yang paling sempurna harus memahami dan menjalankan tugas kita sebagai manusia yang berakal dan berfikir.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

- a. Variasi konsentrasi kitosan mengakibatkan perbedaan pada kadar fenol nanopartikel ekstrak bekatul. Kadar fenol pada nanopartikel ekstrak bekatul pada konsentrasi kitosan 0,08, 0,10, dan 0,12% adalah 1665,7; 1790 dan 1580 mg GAE/gr. Ketiga hasil tersebut lebih kecil daripada kadar fenol pada ekstrak bekatul sebesar 2514,3 mg GAE/ gr.
- b. Hasil analisis dengan FTIR menunjukkan adanya pergeseran gugus fungsi pada nanopartikel ekstrak bekatul sehingga dapat disimpulkan bahwa terjadi reaksi antara ekstrak bekatul dengan kitosan dan NaTPP. Sedangkan analisis dengan PSA menunjukkan ukuran nanopartikel ekstrak bekatul pada konsentrasi kitosan 0,08; 0,10; dan 0,12% adalah 23,79; 27,66; dan 20,29 nm.

5.2 Saran

- a. Pembuatan nanopartikel sebaiknya dilakukan pada kondisi pH dan kecepatan pengadukan *stirrer* yang konsisten untuk menghasilkan nanopartikel dalam variasi konsentrasi kitosan dengan tingkat keakuratan tinggi.
- b. Penyimpanan nanopartikel perlu dilakukan pada suhu yang tepat agar kemungkinan berkurangnya kadar fenol menjadi lebih sedikit.
- c. Karakterisasi nanopartikel sebaiknya diperkuat dengan pengamatan bentuk dan ukuran aktual menggunakan TEM untuk hasil yang lebih akurat.
- d. Perlu dilakukan penelitian tentang variasi surfaktan untuk mengurangi aglomerasi.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdassah, M. 2017. Nanopartikel dengan Gelasi Ionik. *Jurnal Farmaka*. 15(1): 45–52.
- Abdullah, A., & Mohammed, A. 2019. Scanning Electron Microscopy (SEM): A Review Scanning Electron Microscopy (SEM): A Review. *International Conference on Hydraulics and Pneumatics*. 1–9.
- Adhiksana, A. 2017. Perbandingan Metode Konvensional. *Journal of Research and Technology*. 3 (2): 80–88.
- Adli, D.N. & Sjojfan, O. 2020. Estimasi dan Validasi Kandungan energi Bekatul sebagai Pakan Unggas dari Komposisi Kimia Pakan. *Jurnal Nutrisi Ternak Tropis*. 3 (2): 90-96.
- Agnihotri, S. A., Mallikarjuna, N. N., & Aminabhavi, T. M. 2004. Recent Advances on Chitosan-based Micro- and Nanoparticles in Drug Delivery. *Journal of Controlled Release*. 100 (1): 5–28.
- Ahadi, B.D. & Mohammad, Y.E. 2018. Validasi Lamanya Waktu Pengeringan Penetapan Kadar Air Pakan Metoda Oven dalam Praktikum Analisa Proksimat. *Seminar Nasional Hasil Penelitian dan Pengabdian Masyarakat*. ISBN: 978-602-14917-5-1.
- Ahmed, M.J., Singh, Z., Khan, A.S. 2016. Nanoencapsulation Improves the Postharvest Shelf Life and Quality of Roselle (*Hibiscus sabdariffa L.*) Calyxes. *Food Chemistry*. 191: 12–18.
- Akbari, B., M. Pirhadi, T., M. Zandrahim. 2011. Particle Size Characterization Of Nanoparticles – A Practical approach. *Iranian Journal of Materials Science & Engineering*. 8 (1).
- Alimuddin, A. 2017. Kandungan Mineral (Ca dan Mg) pada Dedak Padi yang Difermentasi Menggunakan Cairan Rumen Sapi Bali. *Skripsi*. Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar: Makassar.
- Amaliyah, N., Ngadiwiyana, Purbowatiningrum. R.S. & Ismiyanto. 2018. Antibacterial Activity of Cinnamic Acid - Chitosan Encapsulation. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*. 21 (1): 8–12.
- Anam, C., Firdausi, K.S. & Sirojudin, S. 2007. Analisis Gugus Fungsi pada Sampel Uji, Bensin dan Spiritus Menggunakan Metode Spektroskopi FTIR. *Berkala Fisika*. 10 (1): 79-85.
- Arifin, Z, 2012. Pemanfaatan Teknologi Sonikasi Tak Langsung dalam Rangka Produksi Kitosan. *Konversi*. 1 (1): 1-6.
- Astawan, M., & Leomitro, A. 2009. Khasiat Whole Grain. Jakarta: PT Gramedia Pustaka Utama.
- Ayumi, D., Sumaiyah, S. & Masfria, M. 2018. Pembuatan dan Karakterisasi Nanopartikel Ekstrak Etanol Daun Ekor Naga (*Rhaphidophora Pinnata*(LF))

- Schott) Menggunakan Metode Gelasi Ionik. In *Talenta Conference Series: Tropical Medicine (TM). 1* (3): 29-33.
- Azwanida, N. N. (2015). A Review on the Extraction Methods Use in Medicinal Plants, Principle, Strength and Limitation. *Medicinal & Aromatic Plants. 4* (3): 3-8.
- Badan Standardisasi Nasional. 1992. SNI 01-2891-1992: Bekatul Beras. Jakarta: *Badan Standardisasi Nasional*.
- Barki, T., Kristiningrum, N., Puspitasari, E. & Fajrin, F.A. 2017. Penetapan Kadar Fenol Total dan Pengujian Aktivitas Antioksidan Minyak Jahe Gajah (*Zingiber officinale* var. *officinale*) (Determination of Total Phenolic Content & Antioxidant Activity of Jahe Gajah (*Zingiber officinale* var. *officinale*) oil). *Pustaka Kesehatan. 5* (3): 432-436.
- Bayani, F., 2016. Analisis Fenol Total dan Uji Aktivitas Antioksidan dari Ekstrak Buah Sentul (*Sandoricum koetjape* Merr). *Hydrogen: Jurnal Kependidikan Kimia. 4* (1): 55-69.
- Belščak-Cvitanović, A., Komes, D., Karlović, S., Djaković, S., Špoljarić, I., Mršić, G., Ježek, D. 2016. Improving the Controlled Delivery Formulations of Oak Extract by Loading into Alginate/Chitosan Microbeads. *International Journal of Science and Nutrition. 61*: 732–740.
- Bintanah, S. & Harsari, E. 2014. Komposisi Kimia dan Organoleptik Formula Nugget Berbasis Tepung Tempe dan Tepung Ricebran. *Indonesian Journal of Human Nutrition. 1*(1). 57-70.
- Blainski, A., Gisely, C.L & Joao, C.P.M. 2013. Application and Analysis of the Folin Ciocalteu Method for the Determination of the Total Phenolic Content from *Limonium Brasiliense* L. *Molecules. 6853-6864*.
- Bodmeier, R., Oh, K.H. & Pramara, Y. 1989. Preparation & Evaluation of Drug-Containing Chitosan Beads. *Drug Development & Industrial Pharmacy. 15* (9): 1475-1494.
- Bulatao, R.M., Samin, J.P.A., Salazar, J.R. & Monserate, J.J. 2017. Encapsulation of Anthocyanins from Black Rice (*Oryza sativa* L.) Bran Extract Using Chitosan-alginate Nanoparticles. *Journal of Food Resesearch. 6* (40).
- Bunaciu, A.A., Aboul-Enein, H.Y. & Fleschin, S. 2014. FTIR Spectrophotometric Methods Used for Antioxidant Activity Assay in Medicinal Plants. *Applied Spectroscopy Reviews. 47*(4): 245-255.
- Buzea, C., Pacheco, I.I. & Robbie, K. 2007. Nanomaterials & Nanoparticles: Sources & Toxicity. *Biointerphases. 2* (4). MR17-MR71.
- Chan, K.W., Khong, N.M., Iqbal, S. & Ismail, M. 2013. Isolation & Antioxidative Properties of Phenolics-saponins Rich Fraction from Defatted *Rice bran*. *Journal of Cereal Science. 57* (3): 480-485.
- Chanphrom P. 2007. Antioxidant and Antioxidant Activities of Pigmented Rice Varieties and *Rice bran*. *Thesis*. Faculty of graduated studies. Mahidol

University: Thailand

- Delie, F. & Blanco-Prieto, M.J. 2005. Polymeric Particulates to Improve Oral Bioavailability of Peptide Drugs. *Molecules*. 10 (1): 65-80.
- Dey, S. & Rathod, V.K. 2013. Ultrasound Assisted Extraction of β -carotene from *Spirulina Platensis*. *Ultrasonics sonochemistry*. 20 (1): 271-276.
- Diniyah, N. & Lee, S.H. 2020. Komposisi Senyawa Fenol dan Potensi Antioksidan dari Kacang-kacangan. *Jurnal Agroteknologi*. 14 (01): 91-102.
- Djaeni, M., Yuniar, L.L. 2019. Peningkatan Kecepatan Proses dan Mutu Minyak Bekatul melalui Proses Ekstraksi Berbantuan Ultrasonik. *Teknik*. 40 (1).
- Dompeipen, E. J. 2017. Isolation and Identification of Chitin and Chitosan from Windu Shrimp (*Penaeus monodon*) With Infrared Spectroscopy. *Majalah BIAM*. 13 (1): 31-41.
- Ergina, E., Nuryanti, S. & Pursitasari, I.D. 2014. Uji kualitatif Senyawa Metabolit Sekunder pada Daun Palado (*Agave angustifolia*) yang Diekstraksi dengan Pelarut Air dan Etanol. *Jurnal Akademika Kimia*, 3 (3): 165-172.
- Ermalia, A. 2016. Evaluasi Nutrisi Fermentasi Dedak Padi Menggunakan Cairan Rumen Dan Implikasinya Terhadap Kecernaan Pakan Dan Aktivitas Enzim Pada Ayam Pedaging. *Buletin Peternakan*. 40 (2).
- Esa, N.M., Ling, T.B. & Peng, L.S. 2013. By-Products of Rice Processing: An Overview of Health Benefits & Applications. *Rice Research*. 1 (1).
- Estiasih, T., Ahmadi, K. & Santoso, V. 2021. Senyawa Bioaktif dan Potensi Bekatul Beras (*Oryza sativa*) sebagai Bahan Pangan Fungsional. *Teknologi Pangan: Media Informasi dan Komunikasi Ilmiah Teknologi Pertanian*. 12 (1): 30-43.
- Faizah, Feri, K., Siti, N. 2020. Senyawa Fenolik, Oryzanol, dan Aktivitas Antioksidan Bekatul yang Difermentasi dengan *Rhizopus oryzae*. *Jurnal Teknologi dan Industri Pangan*. 31 (1)
- Fatmawati, S. 2002. Optimasi Waktu dan Konsentrasi Etanol pada Ekstraksi Berbantu Ultrasonik Serta Penetapan Kadar Kafein Daun Kopi Arabika (*Coffea arabica L.*) O. *Media Farmasi*. 1 (1): 1-6.
- Fitri, D., Kiromah, N. Z. W., & Widiastuti, T. C. 2020. Formulasi dan Karakterisasi Nanopartikel Ekstrak Etanol Daun Salam (*Syzygium polyanthum*) Pada Berbagai Variasi Komposisi Kitosan Dengan Metode Gelasi Ionik. *JPSCR: Journal of Pharmaceutical Science and Clinical Research*. 5(1): 61.
- Fitri, D.R., Syafei, D. & Sari, C.P. 2021. Karakteristik Nanopartikel Ekstrak Etanol 70% Daun Jarak Pagar (*Jatropha Curcas L.*) dengan Metode Gelasi Ionik. *Jurnal Farmasi Higea*. 13 (1): 1-7.
- Flink, J. M. 1977. Fundamental aspects of freeze-drying. *Separation & Purification Reviews*. 6 (1): 1-29.

- Fuadi, A. 2012. 4 Ultrasonik Sebagai Alat Bantu Ekstraksi Oleoresin Jahe. *Jurnal Teknologi*. 12 (1): 14–21.
- Gan, Q., Wang, T., Cochrane, C., & McCarron, P. 2005. Modulation of Surface Charge, Particle Size and Morphological Properties of Chitosan–TPP Nanoparticles Intended for Gene Delivery. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*. 44(2-3). 65-73.
- Ghasemzadeh, A., Karbalaii, M.T., Jaafar, H.Z. & Rahmat, A. 2018. Phytochemical Constituents, Antioxidant Activity, & Antiproliferative Properties of Black, Red, & Brown Rice bran. *Chemistry Central Journal*. 12 (1). 1-13.
- Goyal, A., Kumar, S., Nagpal, M., Singh, I. & Arora, S., 2011. Potential of Novel Drug Delivery Systems for Herbal Drugs. *Indian Journal of Pharmaceutical Education & Research*. 45 (3): 225-235.
- Guan, J. , P. Cheng , S.J. Huang , J.M. Wu , Z.H. Li , X.D. You , L.M. Hao , Y. Guo, R.X. Li H. Zhang. 2011. Optimized Preparation of Levofloxacin-Loaded Chitosan Nanoparticles by Iontropic Gelation. *Physics Procedia*. 22: 163-169.
- Handaratri, A., & Yuniati, Y. 2019. Kajian Ekstraksi Antosianin dari Buah Murbei dengan Metode Sonikasi dan Microwave. *Reka Buana: Jurnal Ilmiah Teknik Sipil Dan Teknik Kimia*. 4 (1). 63.
- Handayani, H., Sriherfyna, F. H., & Yunianta. 2016. Ekstraksi Antioksidan Daun Sirsak Metode *Ultrasonic Bath*. *Jurnal Pangan Dan Agroindustri*. 4 (1), 262–272.
- Harahap, S. 2010. Penggunaan Kitosan dari Kulit Udang dalam Menurunkan Kadar Total Suspended Solid (TSS) pada Limbah Cair Industri Plywood. *Jurnal Akuatika*. 4(1): 1–23.
- Harris, H., M. F. 2014. Penentuan Umur Simpan (*Shelf Life*) Pundang Seluang (*Rasbora Sp*) Yang Dikemas Menggunakan Kemasan Vakum Dan Tanpa Vakum. *Jurnal Saintek Perikanan*. 9 (2): 53-62.
- Hartanti, A. I., Gde, I. D., Permana, M., & Puspawati, G. A. K. D. 2021. Pengaruh Konsentrasi Etanol Pada Metode Ultrasonikasi Terhadap Aktivitas Antioksidan Ekstrak Daun Gonda (*Sphenoclea zeylanica*). *Jurnal Ilmu dan Teknologi Pangan*. 10 (2): 163–171.
- Hartati, S., Marsono, Y., Suparmo, S. & Santoso, U. 2015. Komposisi Kimia serta Aktivitas Antioksidan Ekstrak hidrofilik bekatul beberapa varietas padi. *Agritech*. 35 (1): 35-42.
- Haskell, R. J. 2006. Physical Characterization of Nanoparticles, in : Nanoparticles Technology for Drug Delivery. New York : Taylor & Franncis Group.
- Hejazi, R. & Amiji, M. 2003. Chitosan-based Gastrointestinal Delivery Systems. *Journal of controlled release*. 89 (2): 151-165.
- Herisetianis, M.N. & Hermawan, S. 2022. Perlakuan Stabilisasi, Fermentasi, Serta Aplikasi Bekatul Pada Produk Pangan Mie dan Roti: Kajian Pustaka. *Jurnal*

Teknologi. 15 (1).

- Hikmah, B.A. 2018. Manfaat Tumbuhan bagi Manusia: Studi Sains atas Surah'Abasa 24-32. *Skripsi*. Fakultas Ushuluddin dan Filsafat. UIN Sunan Ampel Surabaya: Surabaya
- Hikmawanti, N. P. E., Fatmawati, S., Arifin, Z., & . V. 2021. Pengaruh Variasi Metode Ekstraksi Terhadap Perolehan Senyawa Antioksidan Pada Daun Katuk (*Sauropus androgynus* (L.) Merr). *Jurnal Farmasi Udayana. 10* (1)
- Horiba, 2017, A Guidebook to Particle Size Analysis, Research Drive Horiba Instruments, Inc.
- Hossen, S., M. Khalid, H., M.K. Basher , M.N.H. Mia, M.T. Rahman, M. Jalal Uddin. 2019. Smart Nanocarrier- Based Drug Delivery for Cancer Therapy and Toxicity Studies: A review. *Journal of Advanced Reasearch. 15*.
- Husniati, & Oktarina, E. 2014. Sintesis Nanopartikel Kitosan dan Pengaruhnya terhadap Inhibisi Bakteri Pembusuk Jus Nenas. *Jurnal Dinamika Penelitian Industri. 2 5*(2): 89–95.
- Ikmalia, L. 2020. Modifikasi Karbon Aktif Dari Kulit Salak Dengan Sodium Dodecyl Sulfate (SDS) Untuk Adsorpsi Eriochrome Black T (EBT). *Skripsi*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan. Universitas Islam Indonesia: Yogyakarta.
- Illum, L. 1998. Chitosan & its Use as a Pharmaceutical Excipient. *Pharmaceutical Research. 15* (9): 1326-1331.
- Irianto, H.E.& Muljanah, I. 2011. Proses dan Aplikasi Nanopartikel Kitosan sebagaiPengantar Obat. *Squalen. 6* (1): 1-8.
- Izzani, M. 2020. Pengaruh Ekstrak Bekatul Terfermentasi dengan *Rhizopus oryzae* terhadap Histologi Hepar Mencit (*Mus musculus*) Diabetes. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang: Malang
- Jang, K.I. & Lee, H.G. 2008. Stability of Chitosan Nanoparticles for L-ascorbic Acid During Heat Treatment in Aqueous Solution. *Journal of Agricultural & Food Chemistry. 56* (6): 1936-1941.
- Jannah, D.W., Anik.M & Akyunul J., 2020. Identifikasi dan Uji Toksisitas terhadap Larva Udang (*Artemia salina* L.) Ekstrak Bekatul Menggunakan Variasi Jenis Pelarut dan Lama Ekstraksi. *Alchemy: Journal of Chemistry. 8* (2) 16-23.
- Kafshgari, M.H., Khorram, M., Khodadoost, M. & Khavari, S. 2011. Reinforcement of Chitosan Nanoparticles Obtained by an Ionic Cross-linking Process. *Iran Polymer Journal. 20* (5): 445-456.
- Kamea, Kezia Grace. 2019. Formulasi Sediaan Gel Nanopartikel Lipid Ekstrak Tempe Terstandarisasi Genestein. *Skripsi*. Fakultas Farmasi. Universitas Sanata Dharma: Yogyakarta

- Khan, F., Fumihiro, A., Kobayashib, S., Tanaka, M. 2018. Hydrogel Preparation & Characterisation Derived from Chitosan & Amino Functional Monomers for Biomedical Applications. *Journal of Materials Chemistry B*, 6: 5115.
- Kleine, B.H., Zorzi, G.K., Fecker, T., El Gueddari, N.E., Moerschbacher, B.M.& Goycoolea, F.M. 2015. A Rational Approach Towards the Design of Chitosan-based Nanoparticles Obtained by Ionotropic Gelation. *Colloids & Surfaces B: Biointerfaces*. 135: 99-108.
- Kulkarni, S. B., Patil, U. J., & Pokharkar, V. B. 2006. Papain Entrapment in Alginate Beads for Stability Improvement and Site-specific Delivery: Physicochemical Characterization and Factorial Optimization Using Neural Network Modeling. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*. 63 (2). 159-167.
- Kumar, M.N.R., 2000. A Review of Chitin & Chitosan Applications. *Reactive & Functional Polymers*. 46 (1): 1-27.
- Kumar, C. S., & Dixit, C. K. 2017. Methods for Characterization of Nanoparticles. *Advances in Nanomedicine for the Delivery of Therapeutic Nucleic Acids*. Woodhead Publishing: 43-58.
- Kumirska, J., Czerwicka, M., Kaczyński, Z., Bychowska, A., Brzozowski, K., Thöming, J., & Stepnowski, P. 2010. Application of Spectroscopic Methods for Structural Analysis of Chitin and Chitosan. *Marine Drugs*. 8(5). 1567-1636.
- Kunjachan, S., Jose, S. & Lammers, T. 2010. Understanding the Mechanism of Ionic Gelation for Synthesis of Chitosan Nanoparticles Using Qualitative Techniques. *Asian Journal of Pharmaceutics (AJP)*. 4 (2): 148–153.
- Kurniasari, D., & Atun, S. 2017. Pembuatan dan Karakteristik Nanopartikel Ekstrak Etanol Temu Kunci. (*Boesenbergia pandurata*) Pada Berbagai Variasi Komposisi Kitosan. *Jurnal Sains Dasar*. 6 (1): 31.
- Kusumastuti, A. 2011. Pengenalan Pola Gelombang Khas dengan Interpolasi. *Cauchy*. 2 (1): 7-12.
- Liu, Q. M., Yang, X. M., Zhang, L., & Majetich, G. 2010. Optimization of Ultrasonic-Assisted Extraction of Chlorogenic Acid from Folium Eucommiae and Evaluation of its Antioxidant Activity. *Journal of Medicinal Plants Research*. 4 (23): 2503–2511.
- López León, T., Carvalho, E. L., Seijo, B., Ortega-Vinuesa, J. L., & Bastos-González, D. 2005. Physicochemical Characterization of Chitosan Nanoparticles: Electrokinetic and Stability Behavior. *Journal of Colloid and Interface Science*. 283 (2): 344-351.
- Lopez-Leon, T., E.L.S Carvalho, B.Seijo, J.L.Ortega- Vinuesa & D.Bastos-Gonzalez. 2005. Physicochemical Characterization Of Chitosan Nanoparticles:Electrokinetic And Stability Behavior. *Journal of Colloid and Interface Science*. 283: 344–351.

- Luthfianto, D. & Retno, D.N., Indah, K. 2017. Karakterisasi Kandungan Zat Gizi Bekatul pada Berbagai Varietas Beras di Surakarta. *URECOL*. ISSN 2407-9189.371-376
- Ma, Z., Bochot, A., Luo, Y., Calvez, P., Duchêne, D., Liu, Z. 2013. Controlling Bioavailability and Release Using Particle Size Biodegradable PLGA Nanoparticles Loaded with Green Tea Catechin. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*. 14 (2): 1505-1512.
- Madjid, A.D.R. 2018. Perbandingan Butiran Kitosan dengan Pengikat Silang Epiklorohidrin (ECH) dan Glutaraldehid (GLA): Karakterisasi dan Kemampuan Adsorpsi Timbal (Pb). *Alchemy: Journal Of Chemistry*, 6 (1), 29-37.
- Mantejo, S.J.R & Hernandez, M.V., Pacheco, I.T. 2023. Nanoparticles as Novel Elicitors to Improve Bioactive Compounds in Plants. *Agriculture*. 11. 134.
- Mardiyati, E., Muttaqien, S.E. & Setyawati, D.R. 2012. Sintesis Nanopartikel Kitosan-Trypolly Phosphate dengan Metode Gelasi Ionik: Pengaruh Konsentrasi dan Rasio Volume terhadap Karakteristik Partikel. *Prosiding Pertemuan Ilmiah Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Bahan*. 90.
- Martien, R., Adhyatmika, A., Irianto, I.D., Farida, V. & Sari, D.P. 2012. Perkembangan Teknologi Nanopartikel Sebagai Sistem Penghantaran Obat. *Majalah Farmaseutik*. 8 (1): 133-144.
- Masrihanah, A. 2020. Uji Aktivitas Antioksidan Ekstrak Ultrasonik Air, Metanol, Etanol, Etil Asetat dan Petroleum Eter Daun Katuk (*Sauropus androgynus*). *Skrispsi*. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim: Malang.
- Masykuroh, A. & Heny, P., 2022. Aktivitas Anti Bakteri Nanopartikel Perak (NPP) Hasil Biosintesis Menggunakan Ekstrak Keladi Sarawak *Alocasia macrorrhizos* Terhadap *Staphylococcus aureus* dan *Escherichia coli*. *Bioma: Jurnal Biologi Makassar*. 7 (1). 76-85.
- Mohammed, M.A., Syeda, J.T., Wasan, K.M. & Wasan, E.K. 2017. An Overview of Chitosan Nanoparticles & its Application in Non-parenteral Drug Delivery. *Pharmaceutics*, 9(4), 53.
- Mohanraj, V. J., & Chen, Y. 2007. Nanoparticles - A review. *Tropical Journal of Pharmaceutical Research*. 5 (1): 561–573.
- Moura, M. J., Faneca, H., Lima, M. P., Gil, M. H., & Figueiredo, M. M. 2011. In Situ Forming Chitosan Hydrogels Prepared Via Ionic/Covalent Co-crosslinking. *Biomacromolecules*. 12 (9): 3275-3284.
- Munawaroh, S.& Handayani, P.A. 2010. Ekstraksi Minyak Daun Jeruk Purut (*Citrus hystrix* DC) dengan Pelarut Etanol dan N-heksana. *Jurnal Kompetensi Teknik*. 2 (1).
- Nadia, Laode MH., Pipih Suptijah & Bustami Ibrahim. 2014. Produksi dan Karakterisassi Nano Kitosan dari Cangkang Udang Windu dengan Metode

Gelasi Ionik. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*. 17 (2).

- Natasya, B. 2018. Pembuatan Nanopartikel dari Ekstrak Etanol Daun Srikaya (*Annona squamosa L.*) dan Uji Aktivitas Antibakteri Terhadap *Staphylococcus aureus* dan *Escherichia coli*. *Skripsi*. Fakultas Farmasi. Universitas Sumatera Utara: Sumatera Utara
- Ningsih, N., Yasni, S. & Yuliani, S. 2017. Sintesis Nanopartikel Ekstrak Kulit Manggis Merah dan Kajian Sifat Fungsional Produk Enkapsulasinya. *Jurnal Teknologi dan Industri Pangan*. 28 (1): 27-35.
- Ningsih, N., Sedarnawati, Y. & Sri, Y. 2017. Sintesis Nanopartikel Ekstrak Kulit Manggis Merah dan Kajian Sifat Fungsional Produk Enkapsulasinya. *Jurnal Teknologi dan Industri Pangan*. 28 (1): 27-35.
- Novitasari, H., 2018. Analisis Senyawa Fenolik pada Ekstrak Segar Daun Sirih Merah (*Piper crocatum Ruiz & Pav*) Menggunakan Metode Folin Cioceltau Secara Spektrofotometri Uv-Vis. *Jurnal Analisis Farmasi*. 3 (3): 155-163.
- Nurfazila, S., Faiz, N. A., Che Man, Y. B., Nor Aini, I., Anum, M. Y., & Shuhaimi, M. 2022. Fourier transform infrared (FTIR) Spectroscopy: Method in Determining Functional Groups of PSf/PES Blend Ultrafiltration Membrane. *Scientific Reports*. 12 (1): 1-10
- Orthofer, F. T. 2001. *Rice bran Oil*. Di dalam. Champagne, E. T. (Ed). *Rice Chemistry and Technology* 3th edition. American Association of Cereal Chemists. Inc, St. Paul
- Park, K. & Yeo, Y. 2007. Microencapsulation Technology. *Encyclopedia of Pharmaceutical Technology*. 3: 2315-2327.
- Peanparkdee, M., Juthatip, P. & Satoshi, I. 2019. Effect of extraction conditions on phenolic content, anthocyanin content and antioxidant activity of bran extracts from Thai rice cultivars. *Journal of Cereal Science*. 86: 86–91
- Permatasari, A. Fadli & A. Sunarno. 2020. Sintesis Nanokitosan dengan Metode Gelasi Ionik Menggunakan Pelarut Asam Formiat dengan Variasi Konsentrasi Kitosan dan Rasio Kitosan dengan Natrium Tripolifosfat. *Jom FTEKNIK*. 7(2).
- Pradhan, S., Jonas, H., Eva, B., Susassa, W. Inger. 2016. Effect of Sonication on Particle Dispersion, Administered Dose and Metal Release of Non-functionalized, Non-inert Metal Nanoparticles. *Journal of Nanoparticle Research*. 18.
- Prayudi, T. & Susanto, J.P. 2000. Chitosan sebagai Bahan Koagulan Limbah Cair Industri Tekstil. *Jurnal Teknologi Lingkungan*. 1 (2).
- Primadevi, S. & Nafiah, R. 2020. Pengaruh *Crosslink Agent* pada Pembuatan Nanokitosan Terhadap Kadar Flavonoid Ekstrak Etanol Buah Parijoto. *Cendekia Journal of Pharmacy*. 4 (2): 156-168.
- Putri, A.I., Sundaryono, A. & Ch&ra, I.N. 2018. Karakterisasi Nanopartikel Kitosan Ekstrak Daun Ubijalar (*Ipomoea batatas l.*) Menggunakan Metode

Gelasi Ionik. *ALOTROP*. 2 (2).

- Rahayu, M.P., Lucia, V.I. 2015. Penetapan Kadar Fenol Total Ekstrak Etil Asetat dan Fraksi Dichloromethan-Etil Asetat Kulit Batang Mundu (*Garcinia dulcis*. Kurz). *Biomedika*. 8 (1).
- Rahman, N., Bahriul, P., & Diah, A. 2014. Uji Aktivitas Antioksidan Ekstrak Daun Salam (*Syzygium Polyanthum*) dengan Menggunakan 1,1-Difenil- 2-Pikrilhidrazil. *Jurnal Akademika Kimia*. 3 (3): 143–149.
- Ramadhani, A. 2020. Formulasi Sediaan Nanopartikel Fraksi N-Heksana dari Ekstrak Etanol Daun Jambu Biji (*Psidium guajava* Linn.) dalam Bentuk SNEDDS dan Uji Aktivitasnya sebagai Antikanker Payudara. *Skripsi*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan. Universitas Islam Indonesia: Yogyakarta.
- Rawat, M., Singh, D., Saraf, S.A.S.S. & Saraf, S. 2006. Nanocarriers: Promising Vehicle for Bioactive Drugs. *Biological & Pharmaceutical Bulletin*. 29 (9). 1790-1798.
- Rawle, A. Kippax, P. 2010. Setting New Standards for Laser Diffraction Particle Size Analysis. *Technical Article MRK*. 1399-01.
- Reo, N.V., Bonta, M., Liggins, J., & Blann, K. 2007. Differential effects of glycosaminoglycans on neurite outgrowth of PC12 cells induced by nerve growth factor or fibroblast growth factors. *Journal of Neuroscience Research*. 85 (11): 2471-2481.
- Respati, S.M.B. 2008. Macam-Macam Mikroskop dan Cara Penggunaan. *Majalah Ilmiah Momentum*. 4 (2).
- Ribeiro, A., Ruphuy, G., Lopes, J.C., Dias, M.M., Barros, L., Barreiro, F. 2015. Spray-drying Microencapsulation of Synergistic Antioxidant Mushroom Extracts and Their Use as Functional Food Ingredients. *Food Chemistry*. 74: 249–258.
- Rifkia, V., & Prabowo, I. 2020. Pengaruh Variasi Suhu dan Waktu terhadap Rendemen dan Kadar Total Flavonoid pada Ekstraksi Daun Moringa oleifera Lam. dengan Metode Ultrasonik. *PHARMACY: Jurnal Farmasi Indonesia (Pharmaceutical Journal of Indonesia)*. 17 (2): 387–395.
- Rismana, E., Kusumaningrum, S., Rosidah, I., Nizar, N. & Yulianti, E. 2014. Pengujian Stabilitas Sediaan Antiacne Berbahan Baku Aktif Nanopartikel Kitosan/Ekstrak Manggis-Pegagan. *Media Litbangkes*. 24 (1): 19-27
- Riwanti, P., Izazih, F. & Amaliyah, A. 2020. Pengaruh Perbedaan Konsentrasi Etanol pada Kadar Flavonoid Total Ekstrak Etanol 50, 70 dan 96% *Sargassum polycystum* dari Madura. *Journal of Pharmaceutical Care Anwar Medika (J-PhAM)*. 2 (2): 82-95.
- Rusydi, A. 2016. Tafsir Ayat Kauniyah. *Jurnal Ilmiah Al-Qalam*. 9 (17).
- Sabarudin, A.,& Armeida, D.R.M. 2021. Preparation and Kinetic Studies of Cross-

Linked Chitosan Beads Using Dual Crosslinkers of Tripolyphosphate and Epichlorohydrin for Adsorption of Methyl Orange. *Scientific World Journal*. 1-11.

- Saptari, T., Triastinurmiatiningsih, Bina, L.S. & Indah, N.S. 2019. Kadar Fenolik dan Aktivitas Antioksidan Ekstrak Etanol Rumput Laut Coklat (*Padina australis*). *Fitofarmaka*. 9 (1).
- Sánchez, M.N.S., Laura, J., Marisol, V., & Susana, S. 2022. Encapsulation of Marjoram Phenolic Compounds Using Chitosan to Improve Its Colon Delivery. *Foods*. 11.
- Setha, B. & Rumata, F. 2019. Characteristics of Chitosan from White Leg Shrimp Shells Extracted Using Different Temperature & Time of the Deasetilation Process. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*. 22 (3): 498-507.
- Setyantoro, M.E., Haslina, H. & Wahjuningsih, S.B. 2019. Pengaruh Waktu Ekstraksi Dengan Metode Ultrasonik Terhadap Kandungan Vitamin C, Protein, dan Fitokimia Ekstrak Rambut Jagung (*Zea mays L.*). *Jurnal Teknologi Pangan dan Hasil Pertanian*. 14 (2): 53-67.
- Setyati, W.A., Pramesti, R. & Suryono, C.A. 2020. Analisis Kadar Senyawa Fenol dan Kapasitas Antioksidan Berbagai Ekstrak Sargassum dari Pantai Jepara, Indonesia. *Buletin Oseanografi Marina Oktober*. 9 (2): 83-92.
- Setyowati, R., Sarbini, D. & Rejeki, S. 2008. Pengaruh Penambahan Bekatul terhadap Kadar Serat Kasar, Sifat Organoleptik dan Daya Terima pada Pembuatan Tempe Kedelai (*Glycine max (L) meriil*). *Jurnal Penelitian Sains & Teknologi*. 9 (1): 52-61
- Shaban, S.M, Joohoon, K., & Dong, H.K. 2020. Surfactants: Recent Advances and Their Applications. *Journal Pre-proof*. 22
- Shofa, S. A. 2020. Skrining Fitokimia dan Identifikasi Metabolit Sekunder Secara Kromatografi Lapis Tipis (KLT) pada Nanopartikel Kitosan Ekstrak bawang Putih (*Allium Sativum Liin.*), Temu Mangga (*Curcuma mangga Val.*), dan Kombinasi. *Skripsi*. UIN Malang.
- Sholeha, M.A. 2019. Potensi ekstrak bekatul (*Rice bran*) terhadap Aktivitas Superoksida Dismutase (SOD) mencit (*Mus musculus*) Diabetes. *Skripsi*. Fakultas Sains dan Teknologi. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim: Malang.
- Silva, N.C.D., Tais, T.B.A, Assis, O.B.G., & Milena, M.T. 2021. Extraction of Phenolic Compounds from Acerola by-products Using Chitosan Solution, Encapsulation and Application in Extending the Shelf-life of Guava. *Food Chemistry*. 354.
- Sofia, W.N. 2021. Interpretasi Imam Al-Maraghi dan Ibnu Katsir Terhadap Qs.Ali Imran Ayat 190-191: Imam Al-Maraghi & Ibn Kathir's Interpretation of Qs. Ali Imran Verses 190-191. *Tafkir: Interdisciplinary Journal of Islamic Education*. 2 (1): 41-57.

- Stevens, M. P., 2001. Kimia Polimer. Penerjemah Iis Sopyan. 1st Edition. Jakarta: Pradnya Paramita.
- Sugita, P. Tuti, W., Ahmad, S., & Dwi, W. 2009. Kitosan: Sumber Biomaterial Masa Depan. Bogor: IPB Press.
- Suhendra, L., Lumbanraja, I.M., & Wartini, N.M. 2019. Pengaruh Jenis Pelarut dan Ukuran Partikel Bahan terhadap Karakteristik Ekstrak Daun Bidara (*Ziziphus mauritiana L.*) sebagai Sumber Saponin. *Jurnal Rekayasa dan Manajemen Agroindustri*. 7 (4): 541-550.
- Sukmawaty, E. & Afni, N. 2019. Kadar Total Fenol Ekstrak Bekatul Sorgum (*Sorghum bicolor L.*) varietas super 2. *Prosiding Seminar Nasional Biologi*. 5 (1).
- Suparman, S. Rahayu W.S., Sundhani E., Saputri S.D. 2015. The Use of Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) & Gas Chromatography Mass Spectroscopy (GCMS) for Halal Authentication in Imported Chocolate with Various Variants. *Journal of Food & Pharmaceutical Sciences*. 3 (1).
- Susanty & Fairus, B. 2016. Perbandingan Metode Ekstraksi Maserasi Dan Refluks Terhadap Kadar Fenolik Dari Ekstrak Tongkol Jagung (*Zea mays L.*). *Konversi*. 5 (2).
- Switzer, A. D. 2013. Measuring and Analyzing Particle Size in a Geomorphic Context. *Treatise on Geomorphology*. 14: 224–242.
- Tabaraki, R. & Ashraf, N. 2011. Optimization of Ultrasonic-assisted Extraction of Natural Antioxidants from Rice Bran using Response Surface Methodology. *Ultrasonics Sonochemistry*. 11.
- Tahir, M., A. Muflihunna & Syafrianti. 2019. Penentuan Kadar Fenolik Total Ekstrak Etanol Daun Nilam (*Pogostemon cablin Benth.*) dengan Metode Spektrofotometri Uv-Vis. *Jurnal Fitofarmaka Indonesia*. 4 (1).
- Takeuchi, T., Nagira, S., Kawashima, H., Kojima, K., & Tanaka, H. 2019. Preparation of Functional Phenolic Nanoparticles by Precipitation Method with Surfactants. *Colloid and Polymer Science*. 297 (10): 1343-1350.
- Thariq, M., Fadli, A., Rahmat, A. & Handayani, R. 2016. Pengembangan Kitosan Terkini pada Berbagai Aplikasi Kehidupan. *Seminar Nasional Teknik Kimia– Teknologi Oleo Petro Kimia Indonesia*. ISSN : 1907-0500
- Tiyaboonchai, W. 2013. Chitosan Nanoparticles: a Promising System for Drug Delivery. *Naresuan University Journal: Science & Technology (NUJST)*. 11 (3): 51-66.
- Tuarita, M.Z., Sadek, N.F. & Sukarno, Y.N. 2017. Pengembangan Bekatul sebagai Pangan Fungsional: Peluang, Hambatan, dan Tantangan *Rice bran Development as Functional Foods: The Opportunities, Obstacles, & Challenges*. *Jurnal Pangan*. 26.
- Tursiman, P. Ardiningsih & R. Nofiani. 2012. Total Fenol Fraksi Etil Asetat dari Buah Asam Kandis (*Garcinia dioica Blume*). *Jurnal Kimia Khatulistiwa*. 1

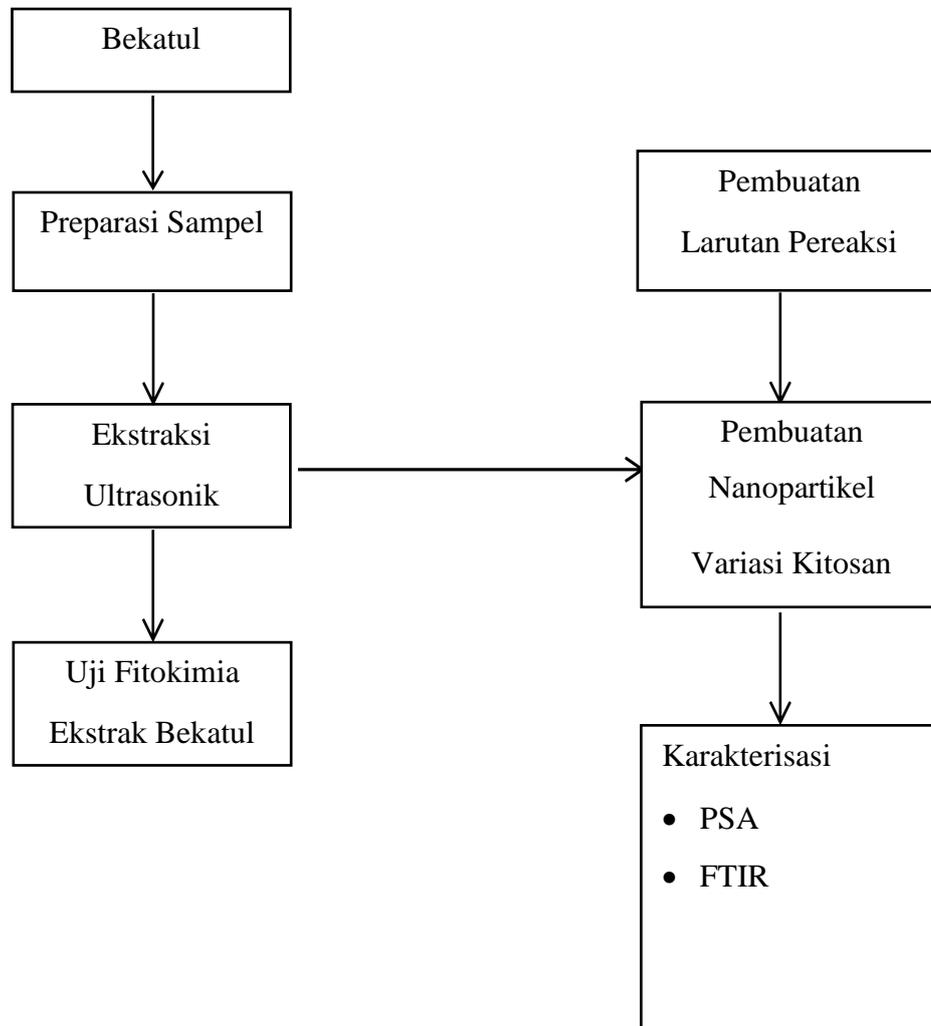
(1): 45-48.

- Ulfa, S.M. 2016. Identifikasi dan Uji Aktivitas Senyawa Antioksidan dalam Bekatul dengan Menggunakan Variasi Pelarut. *Skripsi*. Fakultas Sains dan Teknologi. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim: Malang.
- Utami, H.S. 2017. Sintesis dan Karakterisasi Membran Kitosan Tercrosslinking Glutaraldehida Sebagai Membran Pemisah Elektrolit. *Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan*. 11 (2): 79-84.
- Variani, Y.A., Setyaningrum, E., H&ayani, K., Nukmal, N. & Arifiyanto, A. 2021. Analisis Senyawa Bioaktif Ekstrak Metabolit Sekunder *Serratia marcescens* strain MBC1. *Indonesian Journal of Chemical Analysis*. 4 (2): 64-71.
- Wahyono D. 2010. Ciri Nanopartikel Kitosan dan Pengaruhnya pada Ukuran Partikel dan Efisien Penyalutan Ketopren. *Tesis*. Program Pasca Sarjana IPB: Bogor
- Wang, W., Xue, C., & Mao, X. 2020. Chitosan: Structural modification, biological activity and application. *International Journal of Biological Macromolecules*. 164: 4532–4546.
- Widowati, S. 2001. Pemanfaatan Hasil Samping Penggilingan Padi dalam Menunjang Sistem Agroindustri di Pedesaan. *Buletin AgroBio*. 4 (1)
- Wijaya, A., Nurani, L.H. & Nurkhasa, N. 2015. Aktivitas Antioksidan Sediaan Nanopartikel Kitosan Ekstrak Etanol Kelopak Rosela (*Hibiscus sabdariffa L*) Pada Tiikus Hiperkolestrol: Pengukuran Kadar Malondialdehid (MDA). *Kartika: Jurnal Ilmiah Farmasi*. 2 (1): 1-6.
- Winarti, L. 2015. Review Artikel: Penggunaan Formulasi Nanopartikel Kitosan Sebagai Sistem Penghantaran Gen Non Viral Untuk Terapi Gen. *Stomatognatic. Jurnal Kedokteran Gigi*. 8 (3): 142-150.
- Windarti, T. & Hascaryo, F.A.D. 2022. Modifikasi Struktur Kitosan dengan Natrium Tripolifosfat untuk Mendapatkan Material Pelapis Artefak Kayu. *Borobudur*. 16 (1): 39-50.
- Wu, Y., Yang, W., Wang, C., Hu, J. & Fu, S. 2005. Chitosan Nanoparticles as a Novel Delivery System for Ammonium Glycyrrhizinate. *International Journal of Pharmaceutics*. 295 (1-2): 235-245.
- Xie, W., Xu, P., Liu, Q. 2007. Antioxidant Activity of Water-soluble Chitosan Derivatives. *Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters*. 13 (44): 293–297.
- Xu, Z. & Godber, J.S. 2001. Antioxidant Activities of Major Components of γ -Oryzanol from Rice bran Using a Linoleic Acid Model. *Journal of the American Oil Chemists' Society*. 78 (6): 645.
- Yih, T.C. & Al-Fandi, M. 2006. Engineered Nanoparticles as Precise Drug Delivery Systems. *Journal of Cellular Biochemistry*. 97 (6): 1184-1190.
- Yuswi, N.C.R. 2017. Ekstraksi Antioksidan Bawang Dayak (Eleutherine

- Palmifolia) Dengan Metode Ultrasonic Bath (Kajian Jenis Pelarut Dan Lama Ekstraksi). *Jurnal Pangan dan Agroindustri*. 5 (1): 71-79.
- Zeng, R., Tu, M., Liu, H., Zhao, J., Zha, Z. & Zhou, C. 2009. Preparation, Structure, Drug Release & Bioinspired Mineralization of Chitosan-based Nanocomplexes for Bone Tissue Engineering. *Carbohydratepolymers*, 78 (1): 107-111.
- Zhang, J., Zou, L., Zhang, Y., Xie, M., Yang, L., & Wang, C. 2016. Preparation of Thyme Extract Loaded Chitosan Nanoparticles and its Protective Effect on Radiation-induced DNA Damage. *Carbohydrate Polymers*. 148: 159-167.
- Zhao, D., Feng, J., Lai, C., Stucky, G. D., & Melosh, N. A. 2001. Responsive Hybrid Films of PEO-Silica and Block Copolymer that Change Surface Morphology. *Macromolecular Rapid Communications*. 22 (3): 176-180.
- Zou, P., Yang, X., Wang, J., Liang, J., Yu, H., Zhang, Y., . & Tang, Z. 2016. Advances in Characterization Techniques for Chitosan-based Hybrid Nanomaterials: from Development to Application. *Carbohydrate Polymers*. 150: 70-83.

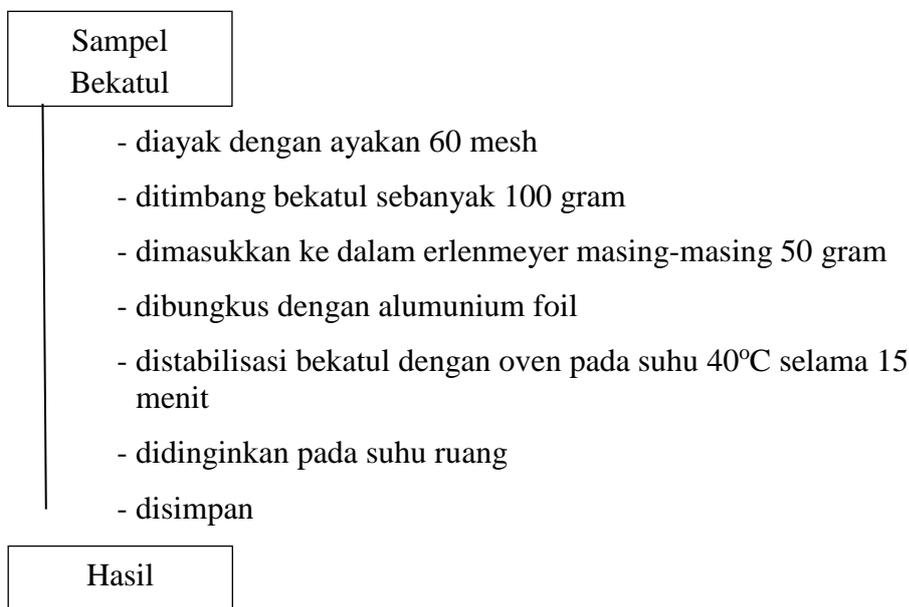
LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian

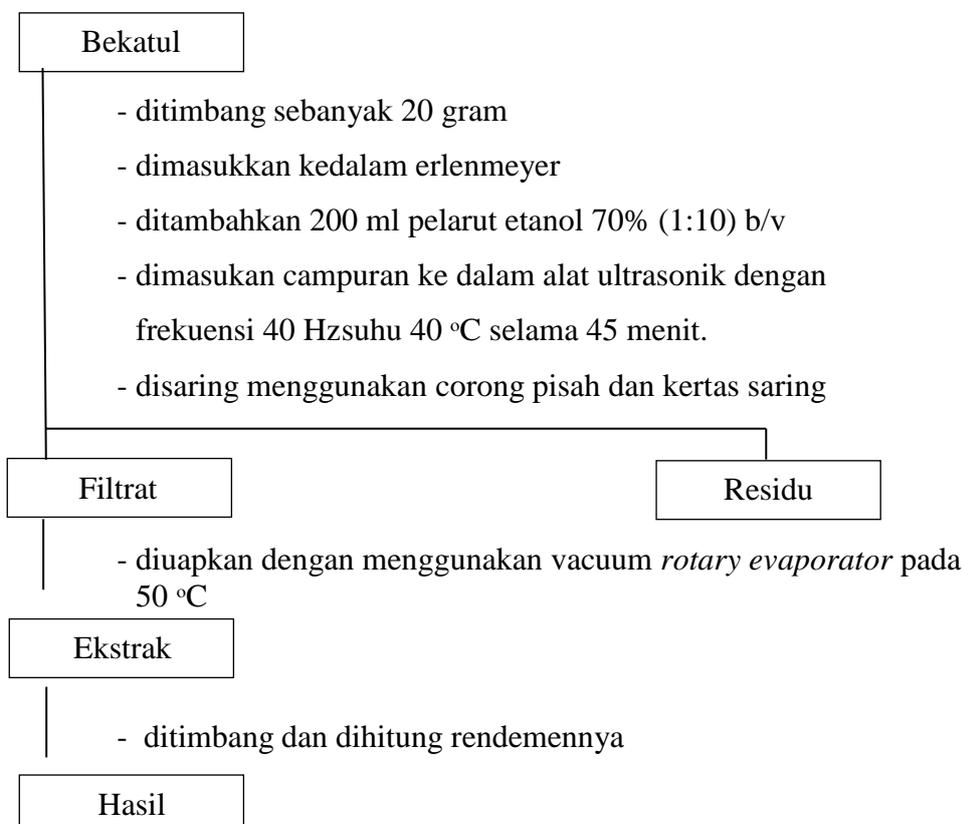


Lampiran 2. Diagram Alir

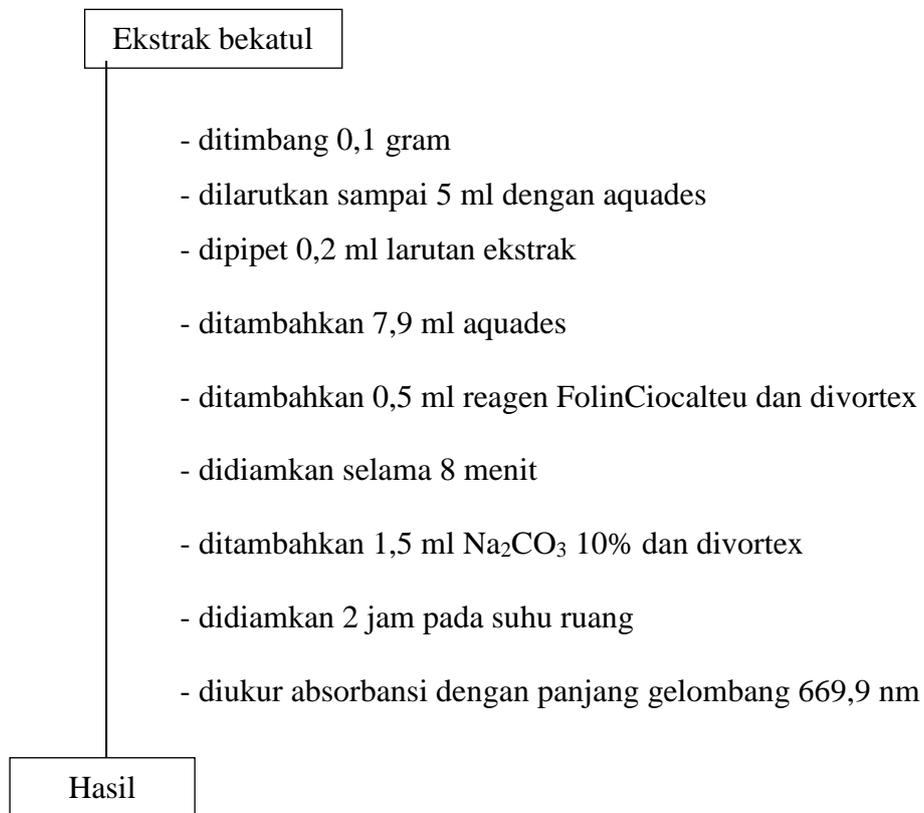
L.2.1 Preparasi Sampel



L.2.2 Ekstraksi Ultrasonik Bekatul

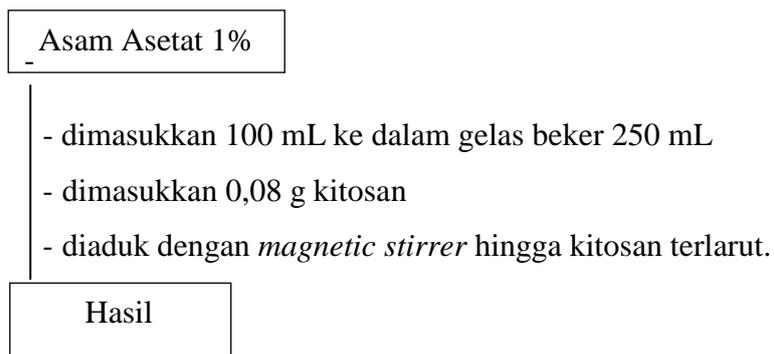


L.2.3 Analisis Kadar Fenol Total

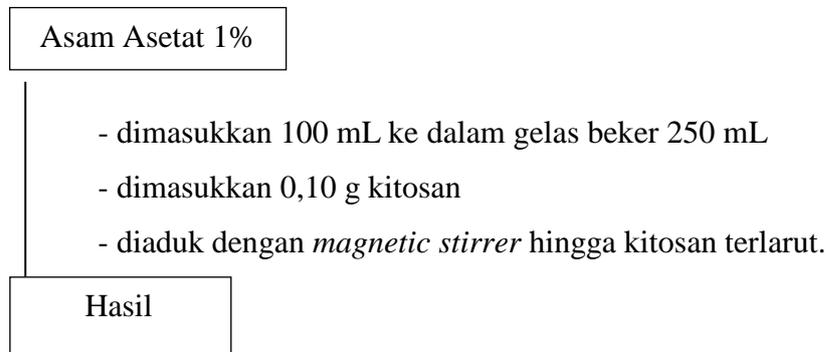


L.2.4 Pembuatan Larutan Pereaksi

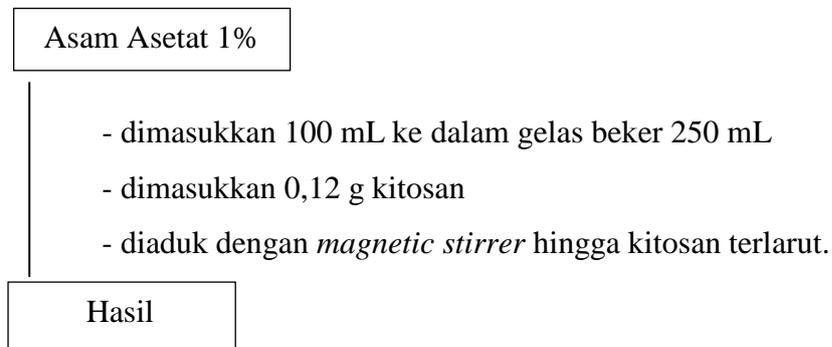
L.2.4.1 Pembuatan larutan kitosan 0,08%



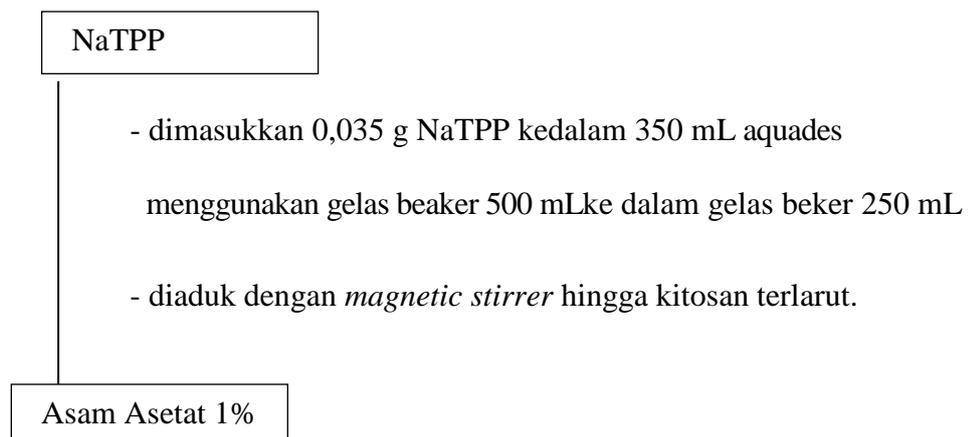
L.2.4.2 Pembuatan larutan kitosan 0,10%



L.2.4.3 Pembuatan larutan kitosan 0,12%



L.2.4.4 Pembuatan larutan NaTPP 0,01%



L.2.5 Pembuatan Nanopartikel Ekstrak Bekatul

Ekstra bekatul

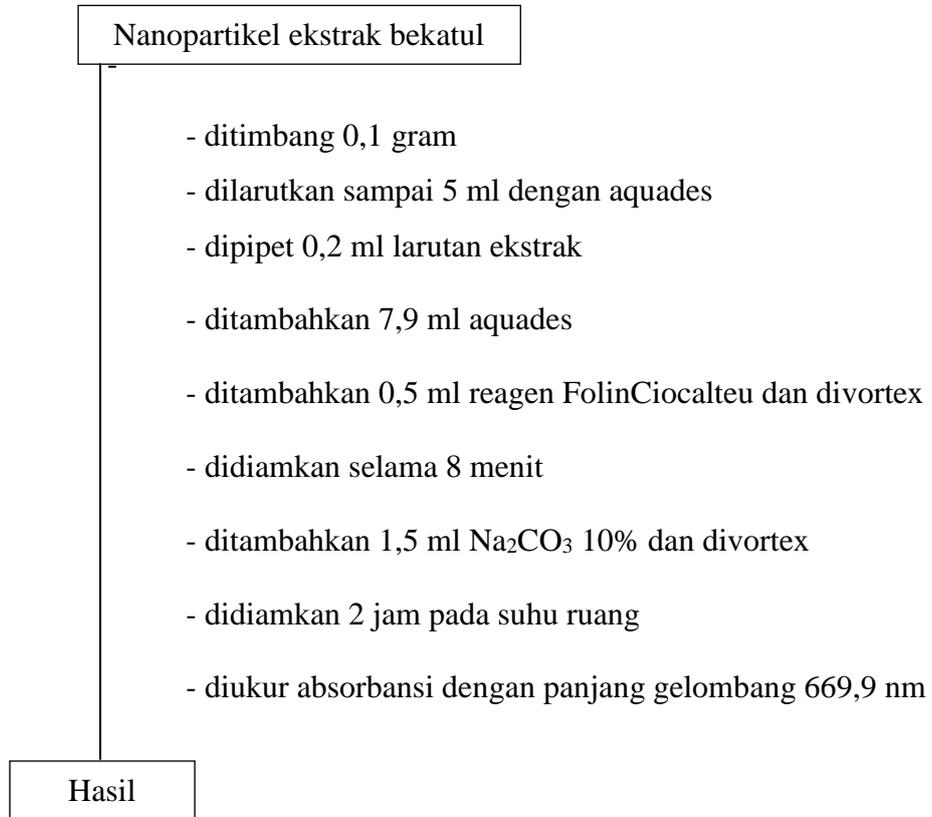
- ditimbang sebanyak 1 gram ekstrak bekatul
- dilarutkan dalam 35 mL etanol 96%
- dicampur dengan 15 mL aquades dalam gelas beker 1000 mL
- ditambahkan dengan 100 mL larutan kitosan 0,08%; 0,10%;0,12
- ditambahkan 350 mL NaTPP secara bertahap
- dilakukan pengadukan dengan *magnetic stirrer* selama 24 jam pada kecepatan yang stabil
- dikeringkan dengan *freeze drying*

Serbuk

Karakterisasi:

- PSA
- FTIR

L.2.6 Analisis Kadar Fenol Total



Lampiran 3. Perhitungan

L.3.1 Kadar Air Bekatul

$$\text{Kadar air} = \frac{b-c}{b-a} \times 100\%$$

Keterangan: a = berat cawan kosong

b = berat cawan = sampel sebelum di oven

c = berat = sampel setelah kering

$$\text{Ulangan 1} = \frac{53,7019-53,4239}{53,7019-48,6690} \times 100\%$$

$$= \frac{0,278}{5,0029} \times 100\%$$

$$= 5,5\%$$

$$\text{Ulangan 2} = \frac{57,9192-57,6360}{57,9190-52,9177} \times 100\%$$

$$= \frac{0,2832}{5,0015} \times 100\%$$

$$= 5,7\%$$

$$\text{Ulangan 3} = \frac{64,6280-64,3596}{64,6280-59,7399} \times 100\%$$

$$= \frac{0,2684}{4,8881} \times 100\%$$

$$= 5,5\%$$

$$\text{Kadar air rata-rata} = \frac{5,5\%+5,7\%+5,5\%}{3}$$

$$= 5,6\%$$

L.3.2 Rendemen Ekstrak Bekatul

Berat sampel = 50 g

Berat ekstrak = 5,1233 g

$$\text{Rendemen} = \frac{5,1233 \text{ g}}{50 \text{ g}} \times 100\%$$

$$= 10,2466\%$$

L.3.3 Kadar Fenol Total

$$y = 0,0007x - 0,0157$$

$$R^2 = 0,9955$$

L.3.3.1 Kadar fenol ekstrak bekatul

$$y = 0.0007x - 0,0157$$

$$0,1603 = 0.0007x - 0,0157$$

$$0,1603 + 0,0157 = 0.0007x$$

$$x = \frac{0,176}{0,0007}$$

$$x = 251,43$$

$$\begin{aligned} \text{total fenolik} &= \frac{\text{c.v.fp}}{\text{g}} \times 100\% \\ &= \frac{251,43 \frac{\mu\text{g}}{\text{ml}} \cdot 0,1 \text{ ml} \cdot 50}{0,05 \text{ g}} \times 100\% \\ &= 2514300 \frac{\mu\text{g}}{\text{g}} \% \\ &= 2514,3 \text{ mg GAE/g} \end{aligned}$$

L.3.3.2 Kadar fenol nanopartikel ekstrak bekatul konsentrasi kitosan 0,08%

$$y = 0.0007x - 0,0157$$

$$0,1009 = 0.0007x - 0,0157$$

$$0,1009 + 0,0157 = 0.0007x$$

$$x = \frac{0,1166}{0,0007}$$

$$x = 166,57$$

$$\begin{aligned} \text{total fenolik} &= \frac{\text{c.v.fp}}{\text{g}} \times 100\% \\ &= \frac{166,57 \frac{\mu\text{g}}{\text{ml}} \cdot 0,1 \text{ ml} \cdot 50}{0,05 \text{ g}} \times 100\% \\ &= 1665700 \frac{\mu\text{g}}{\text{g}} \% \\ &= 1665,7 \text{ mg GAE/g} \end{aligned}$$

L.3.3.3 Kadar fenol nanopartikel ekstrak bekatul konsentrasi kitosan 0,10%

$$y = 0.0007x - 0,0157$$

$$0,1009 = 0.0007x - 0,0157$$

$$0,1096 + 0,0157 = 0.0007x$$

$$x = \frac{0,1253}{0,0007}$$

$$x = 179$$

$$\begin{aligned} \text{total fenolik} &= \frac{\text{c.v.fp}}{\text{g}} \times 100\% \\ &= \frac{179 \frac{\mu\text{g}}{\text{ml}} \cdot 0,1 \text{ ml} \cdot 50}{0,05 \text{ g}} \times 100\% \\ &= 1790000 \frac{\mu\text{g}}{\text{g}} \% \\ &= 1790 \text{ mg GAE/g} \end{aligned}$$

L.3.3.4 Kadar fenol nanopartikel ekstrak bekatul konsentrasi kitosan 0,12%

$$y = 0.0007x - 0,0157$$

$$0,1009 = 0.0007x - 0,0157$$

$$0,0949 + 0,0157 = 0.0007x$$

$$x = \frac{0,1106}{0,0007}$$

$$x = 158$$

$$\begin{aligned} \text{total fenolik} &= \frac{\text{c.v.fp}}{\text{g}} \times 100\% \\ &= \frac{158 \frac{\mu\text{g}}{\text{ml}} \cdot 0,1 \text{ ml} \cdot 50}{0,05 \text{ g}} \times 100\% \\ &= 1580000 \frac{\mu\text{g}}{\text{g}} \% \\ &= 1580 \text{ mg GAE/g} \end{aligned}$$

Lampiran 4. Hasil Analisis PSA

L.4.1 Formula A rasio 8:1 (0,08 % kitosan, 0,01% NaTPP)

Size Distribution Report by Intensity

v2.2



Sample Details

Sample Name: PSA Nanopartikel Bekatul

SOP Name: mansettings.nano

General Notes:

File Name: Aini halimiyah	Dispersant Name: Water
Record Number: 1	Dispersant RI: 1,330
Material RI: 1,30	Viscosity (cP): 0,8872
Material Absorbtion: 0,100	Measurement Date and Time: 09 Juny 2023 14:00:23

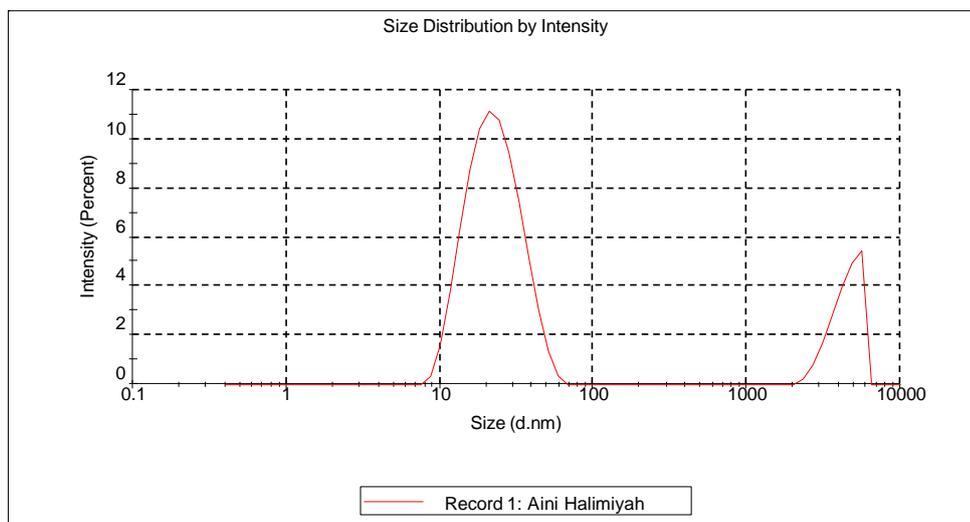
System

Temperature (°C): 25,0	Duration Used (s): 60
Count Rate (kcps): 346,4	Measurement Position (mm): 0,45
Cell Description: Disposable sizing cuvette	Attenuator: 8

Results

	Size (d.n...	% Intensity:	St Dev (d.n...
Z-Average (d.nm): 126,7	Peak 1: 23,79	80,0	9,400
Pdl: 0,211	Peak 2: 4442	20,0	911,9
Intercept: 0,239	Peak 3: 0,000	0,0	0,000

Result quality Refer to quality report



L.4.2 Formula A rasio 10:1 (0,10 % kitosan, 0,01% NaTPP)

Size Distribution Report by Intensity

v2.2



Sample Details

Sample Name: Aini 0.10%
SOP Name: mansettings.nano
General Notes:

File Name: Aini Halimiyah
Record Number: 25
Material RI: 1,30
Material Absorbtion: 0,100
Dispersant Name: Water
Dispersant RI: 1,330
Viscosity (cP): 0,8872
Measurement Date and Time: 10 July 2023 09:41:25

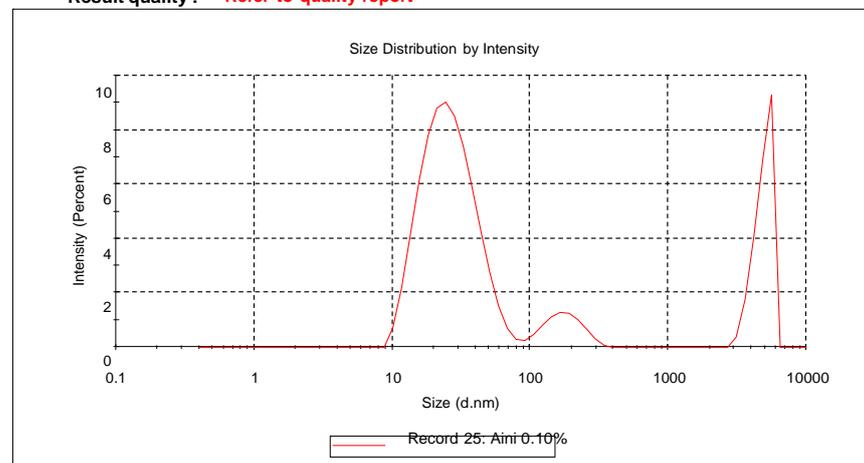
System

Temperature (°C): 25,0
Count Rate (kcps): 373,7
Cell Description: Disposable sizing cuvette
Duration Used (s): 60
Measurement Position (mm): 0,45
Attenuator: 8

Results

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.n...)
Z-Average (d.nm): 213,2	Peak 1: 27,66	70,3	12,79
Pdl: 0,331	Peak 2: 4870	22,4	692,6
Intercept: 0,260	Peak 3: 177,9	7,3	53,82

Result quality : Refer to quality report



L.4.3 Formula A rasio 12:1 (0,12 % kitosan, 0,01% NaTPP)

Size Distribution Report by Intensity

v2.2



Sample Details

Sample Name: Aini 0,12 %

SOP Name: mansettings.nano

General Notes:

File Name: Aini Halimiyah	Dispersant Name: Water
Record Number: 23	Dispersant RI: 1,330
Material RI: 1,30	Viscosity (cP): 0,8872
Material Absorbtion: 0,100	Measurement Date and Time: 10 July 2023 10:17:35

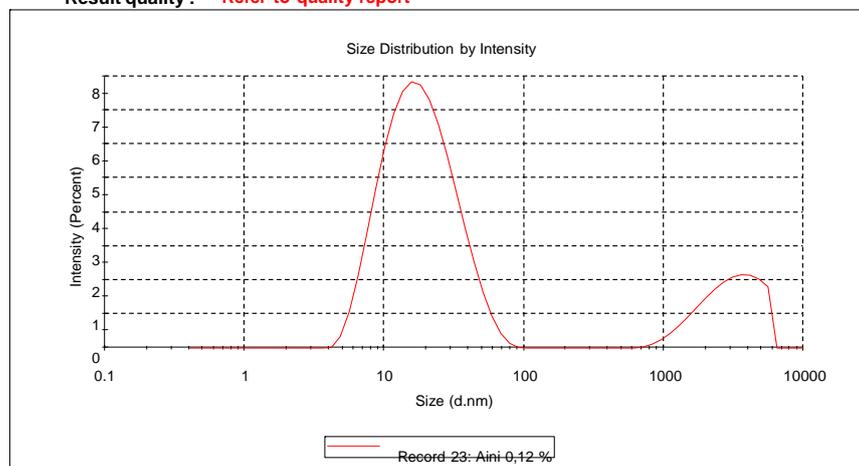
System

Temperature (°C): 25,0	Duration Used (s): 60
Count Rate (kcps): 250,7	Measurement Position (mm): 4,65
Cell Description: Disposable sizing cuvette	Attenuator: 8

Results

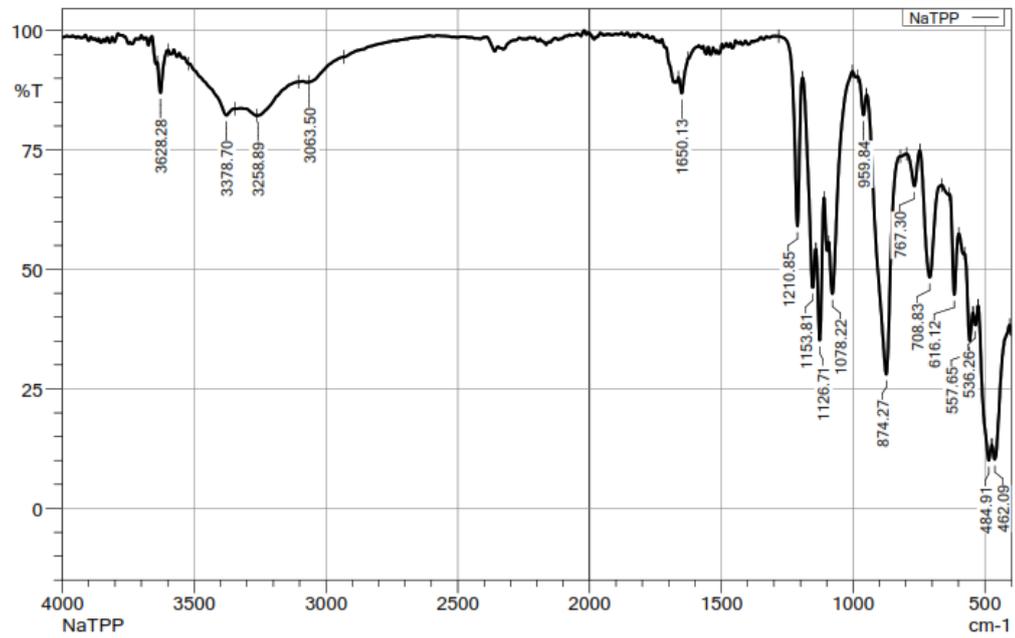
	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.n...)
Z-Average (d.nm): 40,81	Peak 1: 20,29	81,0	12,01
Pdl: 0,176	Peak 2: 3164	19,0	1325
Intercept: 0,105	Peak 3: 0,000	0,0	0,000

Result quality : **Refer to quality report**

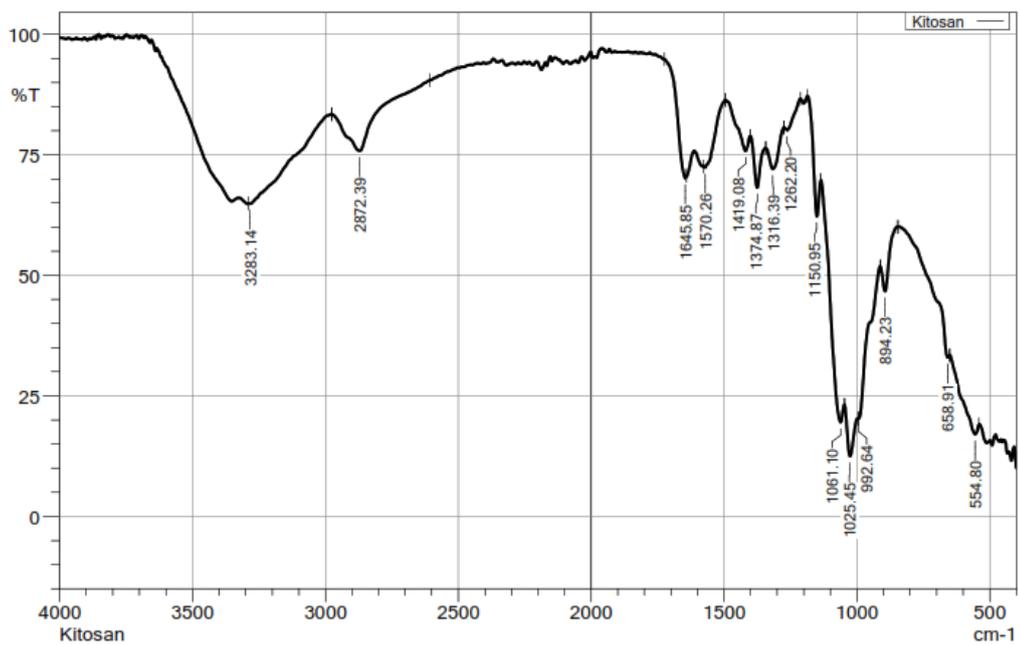


Lampiran 5. Hasil FTIR

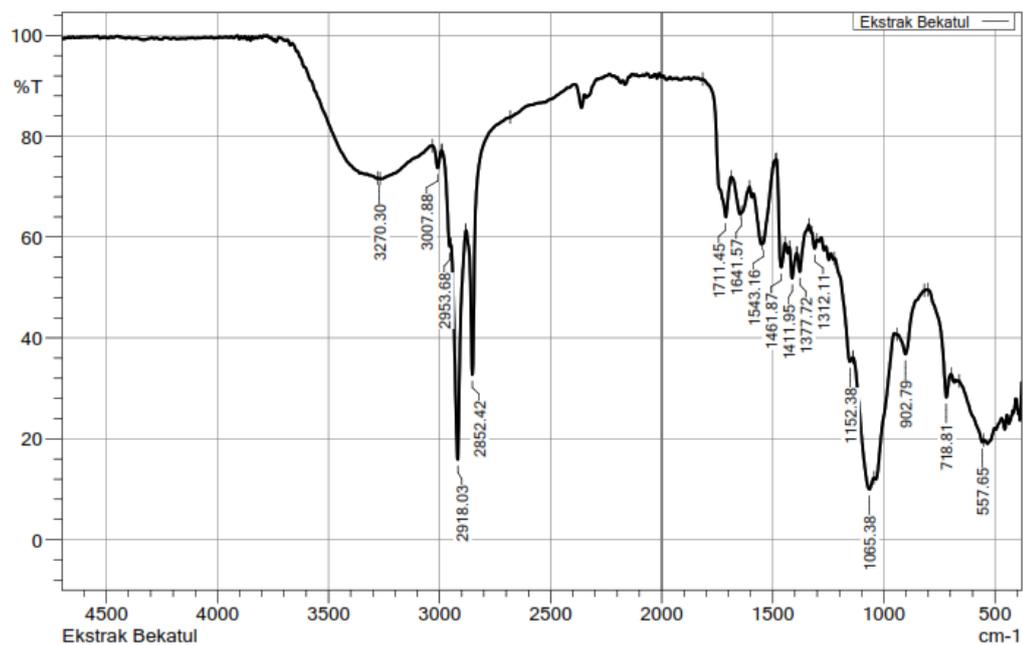
L.5.1 FTIR NaTPP



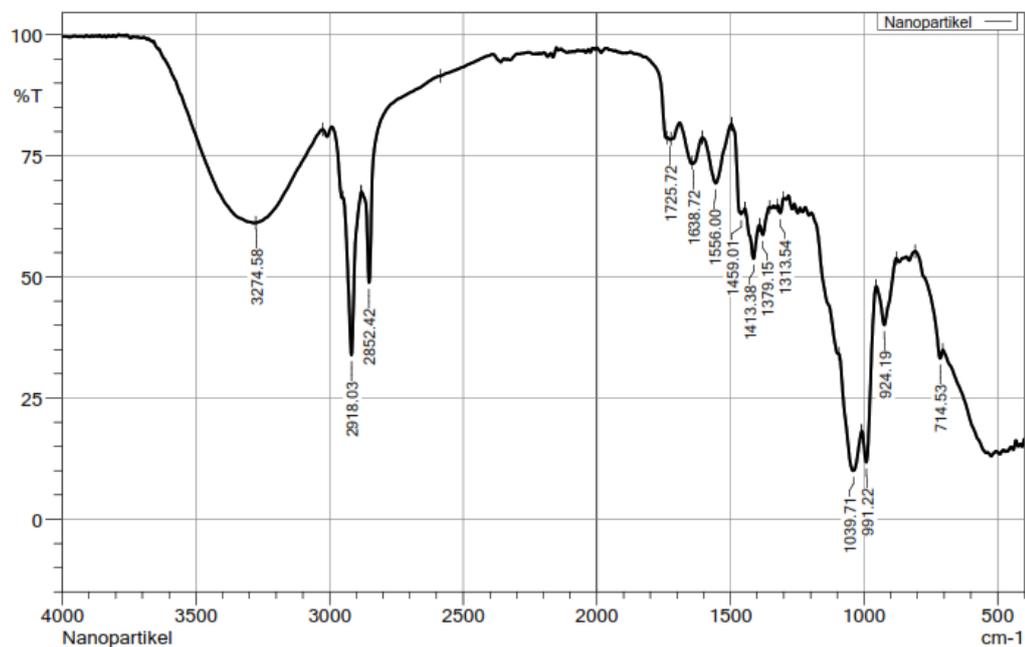
L.5.2 FTIR Kitosan



L.5.3 FTIR Ekstrak Bekatul



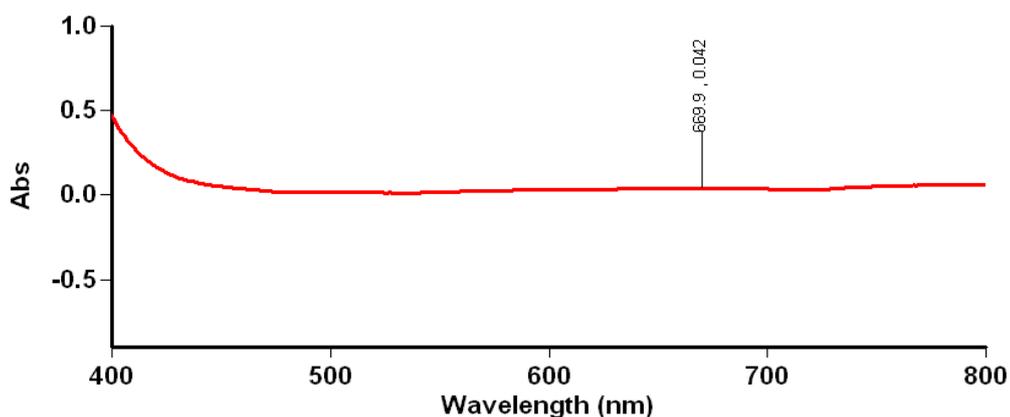
L.5.4 FTIR Nanopartikel



Lampiran 6. Hasil UV-Vis
L.6.1 Hasil UV-Vis Lamdha Maks

Lamdha Maks Asam Galat 100 ppm

Tanggal Analisa : 09 Agustus 2023



Scan Analysis Report

Report Time : Wed 09 Aug 02:53:54 PM 2023

Method:

Batch: D:\Mahasiswa On Going\Aini\Lamdha Maks Asam Galat 100 ppm (09-08-2023).DSW

Software version: 3.00(339)

Operator: Rika

Sample Name: Asam Galat 100 ppm

Collection Time 8/9/2023 2:54:14 PM

Peak Table

Peak Style	Peaks
Peak Threshold	0.0100
Range	800.0nm to 200.1nm

Wavelength (nm)	Abs
-----------------	-----

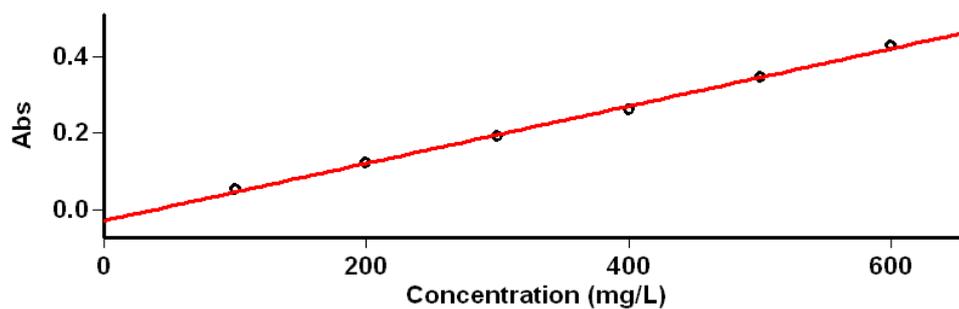
669.9	0.042
354.0	3.656
352.0	4.091
349.0	10.000
347.0	4.395
345.0	10.000
342.9	10.000
341.1	10.000
339.0	4.969
337.0	10.000
332.0	10.000
329.1	4.493
326.0	10.000
321.0	10.000
318.0	10.000
316.0	10.000
312.1	10.000
305.0	10.000
303.0	10.000
300.9	10.000
297.0	4.583
294.1	10.000
290.0	10.000
287.9	10.000
285.0	4.301
281.0	10.000
279.0	10.000
276.0	10.000
273.0	4.466
271.0	10.000
268.0	4.362
266.0	10.000
263.9	5.061
260.9	4.504
259.1	10.000
257.0	10.000
253.1	4.319

251.0	4.292
245.1	4.776
243.0	4.689
240.1	10.000
236.9	10.000
233.0	10.000
230.0	10.000
227.1	4.014
223.0	4.031
220.0	3.690
215.9	3.639
212.0	3.719
209.0	3.726
207.0	3.950
204.9	3.644
203.0	3.647

L.6.2 Hasil UV-Vis Kurva Standar Asam Galat

Kurva Standar Asam Galat

Tanggal Analisa : 09 Agustus 2023



Concentration Analysis Report

Report time 8/9/2023 3:00:52 PM
Method
Batch name D:\Mahasiswa On Going\Aini\Kurva Standar Asam Galat (09-08-2023).BCN

Application Concentration 3.00 (339)
 Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 669.9
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Standard/Sample averaging OFF
 Weight and volume corrections OFF
 Fit type Linear
 Min R² 0.95000
 Concentration units mg/L

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.1363)	669.9

Calibration

Collection time 8/9/2023 3:01:17 PM

Standard	Concentration mg/L	F	Mean	SD	%RSD	Readings
Std 1	100.0		0.0514	0.0004	0.80	0.0518
						0.0515
						0.0510
Std 2	200.0		0.1212	0.0002	0.15	0.1210
						0.1214
						0.1212

Std 3					0.1924
					0.1923
	300.0	0.1922	0.0003	0.18	0.1918
Std 4					0.2618
					0.2621
	400.0	0.2618	0.0003	0.11	0.2616
Std 5					0.3450
					0.3452
	500.0	0.3449	0.0004	0.11	0.3445
Std 6					0.4290
					0.4283
	600.0	0.4288	0.0004	0.10	0.4291

Calibration eqn Abs = 0.00075*Conc -0.02939
 Correlation Coefficient 0.99807
 Calibration time 8/9/2023 3:02:47 PM

Results Flags Legend

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

Lampiran 7. Dokumentasi



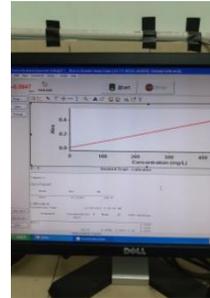
Proses ekstraksi



Penyaringan dengan corong buchner



Pembuatan kurva standar



Pengukuran absorbansi



Pembuatan nanopartikel



Sebelum freeze drying



Serbuk nanopartikel