

Formulasi dan Evaluasi Nano Partikel Ekstrak Etanol Daun Ubi Jalar Ungu (*Ipomoea batatas* L.) Varietas Antin-3

Formulation and Evaluation of Nano Particles from Sweet Potatoes Leaves (*Ipomoea batatas* L.) Antin-3 Variety Ethanolic Extract

Damaranie Dipahayu*, Galuh Gondo Kusumo

Akademi Farmasi Surabaya

*Email korespondensi: d.dipahayu@akfarsurabaya.ac.id

Abstrak

Ekstrak daun ubi jalar ungu (*Ipomoea batatas* Lamk) varietas Antin-3 (Ekstrak daun Antin-3) yang mengandung polifenol dan flavonoid memiliki kemampuan sebagai antioksidan. Polifenol dan Flavonoid memiliki bioavailabilitas yang rendah. Penelitian ini bertujuan untuk memperkecil ukuran partikel ekstrak menjadi nanopartikel sehingga penyerapan saluran cerna dapat meningkat serta evaluasi fisiknya untuk memastikan partikel nano seperti ukuran partikel (10-1.000 nm), indeks polidispersitas (PDI) (<0,5) dan nilai potensial zeta ($\pm 20-30$ mV). Formulasi nano partikel ekstrak dengan metode gelasi ionik menggunakan kitosan:NaTPP. Tiga sampel yang diteliti (F1:F2:F3) yaitu dengan perbandingan ekstrak daun Antin-3:kitosan:NaTPP (1:1:1); (1:5:1); (1:10:1). Hasil evaluasi sampel (F1:F2:F3) menggunakan PSA (*Particle Size Analyzer*) berturut-turut (1.482 nm; 564,38 nm; 734,36 nm); untuk PDI berturut-turut (0,3482; 0,4272; 0,381) dan untuk nilai potensial zeta masing-masing (5,19mV; 21,57mV; 33,4mV). F3 merupakan sampel yang paling memenuhi kriteria fisik nano partikel ekstrak yaitu ukuran partikel (antara 10-1.000 nm), PDI dengan nilai lebih kecil dibanding F2 serta dengan nilai potensial zeta paling besar.

Kata Kunci: Ekstrak daun Antin-3, nano partikel, ukuran partikel, indeks polidispersitas, potensial zeta

Abstract

Leaf extract of purple sweet potatoes (*Ipomoea batatas* Lamk) of Antin-3 variety (Antin-3 leaf extract) contains polyphenols and flavonoid which have an antioxidant capacity. Polyphenols and Flavonoids have a low bioavailability. The aims of this research is to reduce the particle size of the extract to nanoparticles so that gastrointestinal tract absorption can be increased and to do physical evaluation

such as particle size (10-1.000 nm), polydispersity index (PDI) ($< 0,5$) and zeta potential value size ($\pm 20-30\text{mV}$). Formulation of the nano extract was obtained through ionic gelation method using chitosan: NaTPP. There were three samples studied (F1:F2:F3) with the ratio of leaf extract Antin-3:chitosan:NaTPP (1:1:1);(1:5:1);(1:10:1). Meanwhile, the evaluation was carried out using PSA (Particle Size Analyzer).The results of the sample evaluation (F1:F2:F3) for the particle sizes were respectively (1,482 nm; 564,38 nm; 734,36 nm); for PDI were respectively (0.3482; 0.4272; 0.381) and for the zeta potential value were respectively (5.19mV; 21.57mV; 33.4mV). F3 meets the physical criteria of nanoparticle extract such as particle size (between 10-1,000 nm), PDI with a smaller value than F2 and the largest of zeta potential value.

Keywords: Antin-3 Extract, nano particles, particles size, polydispersity index, potential zeta

Submitted: 14 November 2021 **Accepted:** 15 Desember 2021 **DOI:** <https://doi.org/10.25026/jsk.v3i6.818>

1 Pendahuluan

Daun ubi jalar ungu (*Ipomoea batatas* L.) varietas Antin-3 (daun Antin-3) memiliki kandungan polifenol dan flavonoid. Ekstrak etanol 70 % daun Antin-3 mengandung flavonoid sebesar $16,98\pm 0,77\%$ dan polifenol sebesar $4,83\pm 0,07\%$ [1]. Ekstrak etanol 70 % daun Antin-3 memiliki potensi antioksidan kuat, ditunjukkan dengan nilai IC50 sebesar 47,99 ppm (setengah kali potensi antioksidan vitamin C murni yaitu 20,18 ppm) [1],[2]. Sehingga ekstrak daun Antin 3 dapat dimanfaatkan sebagai alternatif sumber antioksidan alami yang digunakan secara per oral.

Sebagai senyawa dengan efektifitas sebagai antioksidan, maka senyawa polifenol memiliki stabilitas rendah karena mudah teroksidasi. Demikian pula dengan senyawa flavonoid, berupa glikosida flavonoid mudah terhidrolisa pada usus sehingga efisiensi penggunaan zat antioksidan per oral menjadi tidak maksimal [3]. Untuk mengatasi hal tersebut maka dibuat suatu sistem penghantaran nanopartikel, dengan cara mengenkapsulasi senyawa metabolit sekunder ke dalam suatu polimer [4]. Ukuran nano partikel mampu menghantarkan senyawa aktif ke sel target, pengecilan ukuran partikel akan meningkatkan luas permukaan dan akan meningkatkan kelarutan sehingga bioavailabilitas meningkat dan kemampuan difusi serta penetrasi melewati lapisan mucus menjadi meningkat [5].

Salah satu pembawa yang umum digunakan dalam formula nano partikel adalah kitosan. Kitosan merupakan polisakarida alami yang aman (tidak beracun) dan mudah terurai dalam tubuh (biodegradasi). Kitosan memiliki struktur serupa dengan selulosa dan dalam kondisi asam, kitosan mampu terbentuk menjadi matriks (rangka atau rongga) sehingga dapat terisi atau terikat [6]. Metode formulasi nanopartikel dengan pembawa kitosan yang dapat digunakan adalah metode gelasi ionik. Metode gelasi ionik memiliki prinsip interaksi ionik antara gugus amino pada kitosan yang bermuatan positif dengan polianion yang bermuatan negatif (NaTPP) [7].

Untuk meningkatkan bioavailabilitas senyawa flavonoid dan polifenol dalam ekstrak etanol 70 % daun Antin-3, maka diformulasikan menjadi nanopartikel ekstrak dengan metode gelasi ionik. Terdapat tiga sampel (F1:F2:F3) dimana ketiganya memiliki perbedaan komposisi ekstrak etanol Daun Antin-3: kitosan: Na TPP yaitu (1:1:1):(1:5:1) dan (1:10:1) [4]. Selanjutnya ketiga sampel tersebut dievaluasi karakter fisiknya meliputi ukuran partikel, indeks polidispersitas dan zeta potensial.

Nanopartikel memiliki ukuran kurang dari 1000 nanometer [8], nilai indeks polidispersitas kurang dari 0,5 mengindikasikan rentang keberagaman ukuran dari materi terdispersi yang sempit dan indikasi distribusi ukuran partikel yang baik [9]. Nilai potensial zeta adalah lebih besar dari +30 mV atau kurang dari

-30 mV, pada nilai tersebut memiliki derajat stabilitas yang tinggi. Nilai yang lebih rendah dapat menyebabkan fase terdispersi akan beragregasi karena adanya gaya van der Waals antar partikel (gaya tarik menarik antar partikel bermuatan listrik yang lemah) selama masa simpan [10]. Tujuan penelitian ini adalah untuk menemukan formula yang tepat sehingga memenuhi karakteristik fisik nano partikel ekstrak.

2 Metode Penelitian

2.1 Bahan

Ekstrak etanol daun Antin-3 (BALITKABI Malang), etanol (Brataco), asam asetat glasial (Merck), Chitosan (Bio Chitosan Indonesia), Na TPP (food grade-China), aquadest (Brataco).

2.2 Alat

Timbangan digital (Ohaus), magnetic stirrer (Scilogex), peralatan gelas (Pyrex), zetasizer nano ZS (Malvern).

2.3 Pembuatan larutan ekstrak, larutan kitosan dan larutan Na TPP

1 gram ekstrak etanol daun Antin-3 (ekstrak kental) dilarutkan dalam pelarut etanol:aquadest (7:3). Larutan kitosan dibuat dengan konsentrasi 0,2 % dengan cara menimbang 0,2 gram kitosan dan dilarutkan kedalam 100 mL larutan asam asetat 1 %. Larutan NaTPP dibuat dengan konsentrasi 0,1 % yaitu dengan cara melarutkan 0,1 gram ke dalam 100 mL aquadest [4].

2.4 Pembuatan sampel dengan perbandingan larutan ekstrak:kitosan:NaTPP

Larutan ekstrak dicampur dengan larutan kitosan 0,2 % menjadi campuran 1 selanjutnya ditambahkan larutan NaTPP 0,1 % dengan diaduk menggunakan magnetic stirrer dengan kecepatan 1500 rpm selama 60 menit [7]. Masing-masing sampel dibuat dengan perbandingan ekstrak daun Antin-3: kitosan:NaTPP = 1:1:1; 1:5:1; 1:10:1 (F1:F2:F3) [4].

2.5 Evaluasi Nano Partikel Ekstrak Daun Antin 3

Evaluasi karakteristik nano partikel ekstrak daun Antin 3 dalam penelitian ini adalah ukuran partikel, indeks polidispersitas dan potensial zeta dengan alat *zetasizer nano ZS* [11].

3 Hasil dan Pembahasan

Pengujian sampel meliputi ukuran partikel, nilai indeks polidispersitas (PDI) dan nilai potensial zeta. Hasil ukuran partikel dan nilai PDI disajikan pada tabel 1. dan nilai zeta potensial disajikan pada tabel 2.

Tabel 1. Hasil pengujian ukuran partikel dan indeks polidispersitas dari nano partikel ekstrak Daun Antin-3

Replikasi	F1		F2		F3	
	Ukuran (nm)	PDI	Ukuran (nm)	PDI	Ukuran (nm)	PDI
1	1.369	0,287	559,5	0,4	744,4	0,426
2	1.548	0,368	577,7	0,434	733	0,371
3	1.456	0,301	564,6	0,418	733,7	0,394
4	1.577	0,437	556,6	0,398	736,7	0,386
5	1.460	0,348	563,5	0,486	724	0,328
Rata-rata	1.482	0,348	564,38	0,427	734,36	0,381
SD	2,613	0,059	8,102	0,036	7,346	0,036

Merujuk pada tabel 1 bahwa sampel yang memenuhi persyaratan ukuran nano partikel adalah F2 dan F3 dimana ukurannya antara 10-1.000 nm. Sampel F1 memiliki ukuran >1.000 nm sehingga tidak memenuhi rentang ukuran nano partikel. Sampel F2 dan F3 memiliki ukuran partikel sesuai rentang ukuran 10-1.000 nm. Untuk sampel F3 lebih besar dibanding F2 disebabkan karena jumlah perbandingan kitosan yang lebih banyak yaitu dua kali lipat dibanding F2. Perbandingan komponen atau perbandingan kitosan dan NaTPP menjadi titik kritis berhasilnya nanopartikel yang terbentuk. Semakin tinggi konsentrasi kitosan yang digunakan maka akan meningkatkan ukuran partikel dan dapat menginduksi terjadinya aglomerasi [12], dikarenakan struktur folding rantai polimer yang terdispersi semakin besar dan banyak [4].

Sampel F1 yang perbandingan kitosannya paling sedikit pada penelitian ini justru menghasilkan ukuran partikel paling besar dibanding F2 dan F3 dikarenakan pada

perbandingan ekstrak daun Antin 3:kitosan: NaTPP (1:1:1) menjadikan jumlah kitosan kurang mencukupi untuk terjadinya *crosslinking* (ikatan silang), untuk dapat menjadikan nano partikel ekstrak terbentuk secara lebih stabil. Penggunaan konsentrasi kitosan 0,2 % sudah tepat karena akan memberikan ukuran partikel minimal [12].

Untuk ukuran partikel $734,36 \pm 7,346$ nm dengan nilai PDI sebesar $0,381 \pm 0,036$ dapat dikatakan tidak cenderung untuk teraglomerasi [13]. Nilai PDI lebih kecil dari 0,3 menunjukkan distribusi ukuran partikel yang sempit dan lebih seragam [12]. Ukuran partikel dan PDI dari sistem penghantaran nano merupakan kriteria fisika yang utama yang mempengaruhi penembusan bahan aktif melalui membran sel [14].

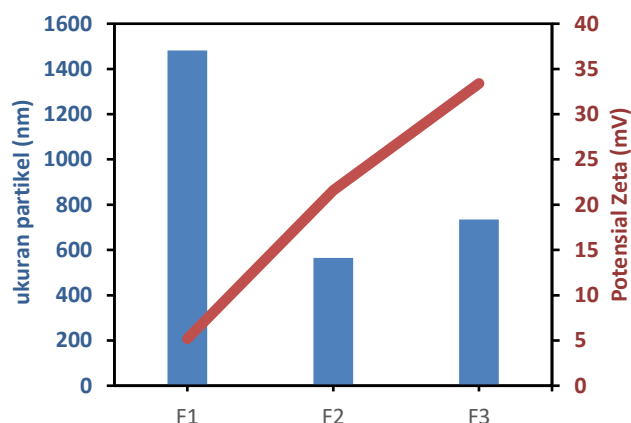
Hasil pengolahan data ukuran partikel terdistribusi normal dan homogen, sehingga menggunakan analisa parametrik atau *one way ANOVA*, dimana didapatkan data (sig. $0,00 < 0,05$) yang berarti terdapat perbedaan bermakna secara signifikan untuk ukuran partikel dari F1, F2, dan F3. Untuk nilai PDI juga terdistribusi normal dan homogen, hasil pengujian *one way ANOVA* didapatkan data (sig. $0,491 > 0,05$) yang dapat diartikan bahwa tidak terdapat perbedaan bermakna dari nilai PDI untuk ketiga sampel tersebut.

Tabel 2. Hasil Pengujian nilai potensial zeta dari nano partikel daun Antin-3

Replikasi	Nilai Potensial Zeta (mV)		
	F1	F2	F3
1	4,28	18,60	33,40
2	5,67	22,60	33,90
3	5,63	23,50	32,90
Rata-rata	5,19	21,57	33,40
SD	0,79	2,61	0,50

Merujuk pada tabel 2, nilai potensial zeta pada F3 sebesar $33,40 \pm 0,50$ mV. Nilai positif ini disebabkan kontribusi muatan parsial pada permukaan partikel yang didominasi oleh kitosan (kitosan bermuatan positif) [4], hal ini menyebabkan beda potensial antara *electrical double layer* dan medium memiliki muatan positif. Sampel F3 memiliki nilai > 30 mV menunjukkan gaya tolak lebih besar dibanding gaya tarik antar partikel dispersi sehingga stabilitas sistem dispersi dapat meningkat [4].

Muatan kationik dan anionik yang kuat serta dapat diprediksi lebih stabil selama masa penyimpanan [7]. Sistem dispersi dengan nilai potensial zeta rendah cenderung dapat membentuk agregat karena adanya ikatan *van der waals* antar partikel [11]. Nilai potensial zeta dari hasil pengolahan statistik adalah (sig. $0,00 < 0,05$) sehingga dapat disimpulkan terdapat perbedaan bermakna.



Gambar 1. Hasil pengukuran ukuran partikel dan potensial zeta dari sampel nano partikel ekstrak daun Antin 3 dengan perbandingan ekstrak daun Antin 3:kitosan: NaTPP (1:1:1; 1:5:1; 1:10:1) (F1; F2; F3) dengan menggunakan alat zetasizer nano ZS

Berdasarkan gambar 1, F3 memiliki ukuran partikel dan nilai yang lebih besar dibanding F2, hal ini menjadikan F3 merupakan sampel dengan perbandingan konsentrasi ekstrak daun Antin-3:kitosan:NaTPP = 1:10:1 yang paling sesuai. Untuk penelitian selanjutnya perlu diupayakan untuk memperkecil ukuran partikel namun dengan tetap mengoptimalkan nilai potensial zeta di atas + 30 mV dengan cara menambahkan perbandingan perbandingan kitosan yaitu pada rentang 5-10 atau meningkatkan konsentrasi NaTPP menjadi 0,2 %. Selain itu dapat juga dengan cara memodifikasi metode pencampuran/homogenisasinya yaitu dengan menggunakan alat ultrasonik pada setiap tahap pencampuran [11].

Adapun cara untuk mendapatkan formula nanopartikel (metode gelas ionik dengan kitosan dan NaTPP) yang lebih stabil dan terdispersi dengan partikel yang lebih seragam

dapat dengan menurunkan konsentrasi asam asetat dan menurunkan suhu selama proses formulasi [15].

4 Kesimpulan

Dari ketiga sampel tersebut, perbandingan ekstrak:kitosan:NaTPP (1:10:1) menghasilkan nano partikel yang memiliki ukuran, nilai indeks polidispersitas dan nilai potensial zeta yang memenuhi persyaratan.

5 Ucapan Terima Kasih

Terima kasih kepada Akademi Farmasi Surabaya yang telah mendanai penelitian ini melalui skema pendanaan internal.

6 Kontribusi Penulis

Penulis 1 melakukan formulasi dan evaluasi nano partikel daun Antin-3, sedangkan Penulis 2 melakukan persiapan ekstrak daun Antin-3.

7 Konflik Kepentingan

Tidak ada konflik kepentingan dalam penulisan artikel ini.

8 Daftar Pustaka

- [1] Damaranie Dipahayu; Galuh Gondo Kusumo, 2020. Antioxidant Activity, Phenolic and Flavonoid Contents in The Leaves Extract of Purple Sweet Potatoes (*Ipomoea batatas* (L.)) Antin-3 Variety in Different Ethanol Concentration as a Solvent. In: The 3 rd Joint Conference Unair- USM, International Conference of Pharmacy and Health Sciences 2020 Non Proceedings.
- [2] Molyneux P. 2004. The use of the stable free radical diphenylpicryl- hydrazyl (DPPH) for estimating antioxidant activity, *JSciTechnol*;26((2)),211-9.
- [3] Juliantoni Y, Hajrin W, Subaidah WA, 2020. Nanoparticle Formula Optimization of Juwet Seeds Extract (*Syzygium cumini*) using Simplex Lattice Design Method. *J Biol Trop*,20(3),416.
- [4] Fitri D, Kiromah NZW, Widiastuti TC,2020. Formulasi Dan Karakterisasi Nanopartikel Ekstrak Etanol Daun Salam (*Syzygium polyanthum*) Pada Berbagai Variasi Komposisi Kitosan Dengan Metode Gelasi Ionik. *JPSCR J Pharm Sci Clin Res*,5(1),61.
- [5] H Takeuchi, H Yamamoto YK, 2001. Mucoadhesive Nanoparticulate Systems for Peptide Drug Delivery. *Adv Drug Deliv Rev*,47(1),39-54.
- [6] Putri AI, Sundaryono A, Chandra IN, 2018. Karakterisasi Nanopartikel Kitosan Ekstrak Daun Ubijalar (*Ipomoea batatas* L .) Menggunakan Metode Gelasi Ionik. *J Pendidik Dan Ilmu Kim*,2(2), 203-7.
- [7] Gredi J, Taurina W, Andrie M, 2017. Efektivitas Analgetik Nanopartikel Kitosan-Ekstrak Etanol Daun Pepaya (*Carica Papaya* L .) Pada Mencit Putih Jantan (Analgesic Effectivity Of Nanoparticles Chitosan-Ethanol Leaf Extract Papaya (*Carica Papaya* L .) In White Male Mice (*Mus Musculus*), *Ilmu Kefarmasian Indones*,15(2),228-34.
- [8] Ayumi D, 2018. Pembuatan dan Karakterisasi Nanopartikel Ekstrak Etanol Daun Ekor Naga (*Rhaphidophora pinnata* (L.F) Schott) Menggunakan Metode Gelasi Ionik. Universitas Sumatera Utara.
- [9] Mohammadpour Dounighi N, Eskandari R, Zolfagharian H, Mohammad M, 2012. Preparation and in vitro characterization of chitosan nanoparticles containing Mesobuthus eupeus scorpion venom as an antigen delivery system. *J Venom Anim Toxins including Trop Dis*, 18(1),44-52.
- [10] Wulansari SA, 2020. Pengaruh Konsentrasi Surfaktan PEG-40 HCO Dengan Span 80 Terhadap Karakteristik dan Stabilitas Fisikokimia Nanoemulsi dan nanoemulgel Koenzim Q10.
- [11] Elya Zulfa dan Anita Dwi Puspitsari, 2019. Karakterisasi Nanopartikel Ekstrak Daun Sawo (*Manilkara zapota* L.) dan Daun Suji (*Pleomole Angustifolia*) Dengan Berbagai Variasi Komposisi Kitosan-Natrium Tripolifosfat. *J Ilm Cendekia Eksakta* .4(1),56-61.
- [12] Dewandari KT, Yuliani S, Yasni, 2013. Ekstraksi dan Karakterisasi Nanopartikel Ekstrak Sirih Merah (*Piper Crocatum*). Vol. 10, *Jurnal Pascapanen*, hal. 58-65.
- [13] Iego Sand, 2012. *Nano Composix' s Guide to Dynamic Light Scattering Measurement and Analysis*,1-7.
- [14] Danaei M, Dehghankhold M, Ataei S, Davarani FH, Javanmard R, Dokhani A, et al, 2018. Impact of Particle Size and Polydispersity Index on the Clinical Applications of Lipidic Nanocarrier Systems. *Pharmaceutics*,10(57), 1-17.
- [15] We Fan, Wei Yan, Zushun Xu HN, 2012. Formation Mechanism of Monodisperse, Low Molecular Weight Chitosan Nanoparticles by Ionic Gelation Technique. *Colloids Surfaces B Biointerfaces*, 90, 21-7.