

Formulasi Granul *Effervescent* Ekstrak Daun Ubi Jalar Ungu (*Ipomoea batatas* L.) Varietas Antin 3 Sebagai *Nutraceutical* Antioksidan

Damaranie Dipahayu 1^{*)}

¹Akademi Farmasi Surabaya

^{*)} E-mail: d.dipahayu@akfarsurabaya.ac.id

Diterima : Juli 2023

Disetujui : Juli 2023

ABSTRAK

Ekstrak daun ubi jalar ungu (*Ipomoea batatas* L.) varietas Antin 3 memiliki kandungan flavonoid dan polifenol yang berfungsi sebagai antioksidan sehingga ekstrak ini potensial dijadikan *nutraceutical* antioksidan. Granul *effervescent* memiliki komponen asam dan basa yang dapat bereaksi dengan air membentuk CO₂ sehingga dapat menutup rasa ekstrak dan mampu memberikan rasa segar. Terdapat dua formula dengan jenis pengikat yang berbeda yaitu PVP K30 5 % (F1) dan CMC Na 1,5 % (F2). Metode granulasi yang digunakan adalah granulasi basah. Pengujian granul *effervescent* yang dilakukan adalah organoleptik, distribusi ukuran partikel, kecepatan alir, sudut istirahat, rasio hausner, indeks kompresibilitas, uji waktu dispersibilitas, tinggi busa, kadar air, pH dan uji hedonis. Hasil evaluasi yang didapatkan adalah F1 dan F2 tidak memiliki perbedaan bermakna terhadap nilai kadar air, rasio hausner dan indeks kompresibilitas. F1 dan F2 memiliki perbedaan bermakna terhadap nilai kecepatan alir, pH dan waktu dispersibilitas. F1 memiliki hasil uji hedonis warna, aroma dan rasa yang lebih disukai dibanding F2, namun F1 memiliki nilai waktu dispersibilitas dan tinggi busa yang tidak memenuhi persyaratan sedangkan F2 memenuhi.

Kata kunci: Ekstrak Antin 3, granul *effervescent*, PVP K-30, CMC Na, karakteristik fisik.

Effervescent Granule Formulation of Purple Sweet Potato Leaf Extract (*Ipomoea batatas* L.) Antin 3 Variety As an Antioxidant *Nutraceutical*

ABSTRACT

Antin 3 variety of purple sweet potato (*Ipomoea batatas* L.) leaf extract contains flavonoids and polyphenols as antioxidants so that have the potential to be used as *nutraceuticals*. Effervescent granules have acidic and basic components which can react with water to form CO₂ so that it can covering the taste of extract and is able to give a fresh taste. There are two formulas with different types of binders, namely PVP K30 5% (F1) and CMC Na 1.5% (F2). The granulation method used is wet granulation. The effervescent granule tests carried out were organoleptic, particle size distribution, flow rate, angle of repose, Hausner's ratio, compressibility index, dispersion time test, foam height, moisture content, pH and hedonic test. The evaluation results obtained were that F1 and F2 did not have significant differences in the values of moisture content, Hausner's ratio and compressibility index. F1 and F2 had significant differences in the values of flow rate, pH and dispersibility time. F1 had the hedonic test results (color, aroma and taste) which were more preferable. F1 had dispersibility time and foam height values which did not meet the requirements while F2 meets the requirements.

Keywords: Antin 3 extract, effervescent granules, PVP K-30, CMC Na, physical characteristic.

1. PENDAHULUAN

Ekstrak etanol 70 % daun Antin 3 mengandung senyawa flavonoid 4,83±0,07 % dan polifenol 16,98±0,07 % yang memiliki efektifitas sebagai antioksidan yang ditunjukkan dengan nilai IC 50. Nilai IC 50 ekstrak daun Antin 3 sebesar

47,99 ppm, sehingga dapat dikatakan memiliki daya antioksidan yang kuat [1]. Ekstrak daun Antin 3 dapat dijadikan sediaan *nutraceutical* antioksidan. *Nutraceutical* merupakan sediaan yang dikonsumsi untuk melengkapi kebutuhan zat gizi makanan yang

memiliki satu atau lebih bahan seperti vitamin, mineral dan asam amino (2).

Salah satu bentuk sediaan yang sering menjadi alternatif pilihan untuk *nutraceutical* adalah granul effervescent. Sediaan *effervescent* memiliki komponen utama yaitu senyawa asam dan basa, yang bila direaksikan dengan air akan menghasilkan karbondioksida. Reaksi karbonasi ini akan mampu meningkatkan kelarutan ekstrak dan menutupi rasa dari ekstrak sehingga mudah dikonsumsi karena akan memberikan sensasi segar seperti minuman soda [3].

Pada penelitian ini akan digunakan asam sitrat dan asam tartrat sebagai sumber asam dan Na bicarbonat sebagai sumber basa. Perbandingan yang digunakan adalah 1:2:3 [4]. Variabel yang digunakan pada penelitian ini adalah jenis bahan pengikat yaitu formula 1 dengan PVP K-30 sebesar 5 % dan formula 2 dengan CMC Nasebesar 1,5 %.

Penelitian ini memiliki tujuan untuk mengetahui pengaruh perbedaan kedua bahan

pengikat terhadap karakteristik granul *effervescent* meliputi organoleptik, distribusi ukuran partikel, kecepatan alir, sudut istirahat, rasio hausner, indeks kompresibilitas, uji waktu dispersibilitas, kadar air, pH dan uji hedonis dari kedua tersebut.

2. METODE PENELITIAN

Alat yang digunakan adalah pelaratan gelas, oven Memmert type 30-1060, pH meter Laqua-Horiba type pH110, shieve shaker type SS-200, mortir dan stamper, ayakan mesh 14 dan 20. Bahan yang digunakan ekstrak daun Antin 3 (petani binaan BALITKABI Malang), asam sitrat (Dwilab), asam tartrat (Dwilab), Na Bicarbonat (Mitra Wacana Media), PVP K30 (Aloin Labora), CMC Na (Asian), essens orange, sakarin, laktosa (Pharma Chemical)

Formulasi granul *effervescent* ekstrak daun Antin 3 dilakukan secara granulasi basah menggunakan etanol 70 %. Etanol 70 % dipilih karena sekaligus dapat melarutkan ekstrak daun Antin 3 dan menjadi cairan pembasah.

2.1. Formula granul effervescent

Tabel 1. Formula granul *effervescent* ekstrak daun Antin 3 [5]

No	Nama Bahan	Konsentrasi Bahan (%)		Fungsi Bahan
		F1	F2	
1	Ekstrak daun Antin 3	2	2	Bahan aktif
2	PVP K-30	5	-	Pengikat
3	CMC Na	-	1,5	Pengikat
4	Asam Sitrat	14	14	Komponen asam
5	Asam Tartrat	28	28	Komponen asam
6	Na Bicarbonat	42	42	Komponen basa
7	Essens Orange	2	2	Flavoring agent
8	Sakarin	1	1	Pemanis
9	Laktosa	6	9,5	Pengisi
10	Etanol 70 %	q.s	q.s	Pelarut

2.2 Formulasi Granul Effervescent [6].

Komponen asam dan basa digranulasi secara terpisah. Asam sitrat, asam tartrat, Na bicarbonate dan laktosa dikeringkan dengan dioven pada suhu 40 °C selama 24 jam hingga kering.

Granul asam dibuat dengan cara menggerus asam sitrat, asam tartrat, laktosa, bahan pengikat, sakarin, essens orange hingga homogen. Ekstrak

daun Antin 3 digerus dengan etanol 70 % hingga tepat larut dan dijadikan cairan pembasah. Campuran bahan tersebut ditambah cairan pembasah sedikit demi sedikit dengan digerus dan diaduk hingga homogen dan terbentuk massa siap digranul. Massa tersebut diayak dengan ayakan mesh no. 14 menjadi granul basah kemudian dikeringkan pada oven dengan suhu 40 °C selama 24 jam atau hingga kering kemudian diayak kembali

dengan ayakan mesh 20 hingga terbentuk granul kering.

Granul basa dibuat dengan cara menggerus Na Bicarbonat, laktosa, bahan pengikat, sakarin, essens orange hingga homogen. Ekstrak daun Antin 3 digerus dengan etanol 70 % hingga tepat larut dan dijadikan cairan pembasah. Campuran bahan tersebut ditambah cairan pembasah sedikit demi sedikit dengan digerus dan diaduk hingga homogen dan terbentuk massa siap digranul. Massa tersebut diayak dengan ayakan mesh no. 14 menjadi granul basah kemudian dikeringkan pada oven dengan suhu 40 °C selama 24 jam atau hingga kering kemudian diayak kembali dengan ayakan mesh 20 hingga terbentuk granul kering.

Granul asam dan granul basa dicampur secara detumbling hingga homogen [6].

2.3 Evaluasi Granul Effervescent (3x replikasi)

a. Kecepatan Alir

Granul ditimbang sebanyak 100 gram, dimasukkan ke dalam alat uji waktu alir berupa corong dan dihitung waktu alirnya. Sifat alir baik jika 100 gram granul mengalir tidak lebih dari 10 detik [4].

b. Sudut istirahat

Sudut istirahat ditentukan dengan menghitung timbunan partikel granul yang mengalir di atas meja yang berbentuk piramida. Diukur diameter dan jari-jari timbunan dari granul yang terbentuk [4].

2.4 Uji waktu dispersibilitas dan tinggi busa

Granul sebanyak 5 gram dituang ke dalam air sebanyak 200 mL, dihitung waktu yang diperlukan hingga granul terlarut. Tinggi busa yang dihasilkan diukur dengan menggunakan penggaris [8].

2.5 Uji nilai pH

Granul *effervescent* yang telah dilarutkan, diukur nilai pH nya dengan alat pH meter [8].

2.6 Rasio hausner dan indeks kompresibilitas [3]

Sejumlah 50 gram granul dimasukkan ke dalam gelas ukur yang dimiringkan kemudian ditegakkan lalu dicatat volumenya dan dihitung sebagai bobot jenis nyata (massa/volume yang terbaca).

Bobot jenis mampat dihitung dengan cara sampel yang sama diketuk ketukkan hingga hitungan 50, 100, 150 dan 200 x dan masing-masing diamati volumenya kemudian dihitung nilai volume

rata-rata. Bobot jenis mampat dihitung (massa/volume rata-rata yang didapat). Bobot jenis nyata dan mampat yang baik adalah pada range nilai 0,2 – 0,6 gram/mL Selanjutnya dihitung rasio Hausner dan Carrs Index, yang keduanya akan menunjukkan sifat alir granul. Adapun rumusnya adalah sebagai berikut :

Rasio Hausner :

$$\frac{\rho \text{ mampat}}{\rho \text{ nyata}}$$

Indeks kompresibilitas :

$$\frac{(\rho \text{ mampat} - \rho \text{ nyata})}{\rho \text{ mampat}} \times 100\%$$

2.7 Kadar air

Granul ditimbang 1 gram, cawan porselen dikeringkan dengan oven suhu 105°C kemudian ditimbang dan dicatat sebagai cawan kering kosong. Granul diletakkan pada cawan kering tersebut lalu dioven pada suhu 105°C selama 3 jam, kemudian diletakkan pada desikator lalu ditimbang, prosedur dilakukan hingga bobot konstan. Kadar air dihitung dengan rumus [7] :

$$\frac{[(a + b) - c]}{b} \times 100\%$$

Keterangan :

- a = bobot cawan kosong yang telah dikeringkan (dioven)
b = bobot sampel granul
c = bobot cawan (a) berisi sampel dan telah dikeringkan (dioven)

2.8 Uji Hedonis [9]

Responden yang digunakan pada penelitian ini berjumlah 25 orang berjenis kelamin perempuan dengan kisaran usia 25 hingga 35 tahun. Responden diminta untuk mengamati warna, aroma dan mencicipi rasa dari kedua formula. Responden kemudian mengisi kuisioner uji hedonis yang telah dipersiapkan. Masing-masing kriteria diberi penilaian (1=sangat tidak suka; 2= tidak suka; 3= agak suka; 4= suka; 5= sangat suka).

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil uji karakteristik fisik berupa pengamatan warna, aroma, dan rasa F1 dan F2 dapat dilihat pada tabel 2 dibawah ini :

Tabel 2. Hasil uji organoleptik

No	Pengamatan	F1	F2
1	Warna	Kuning cerah	Hijau kusam
2	Aroma	Khas ekstrak	Khas ekstrak
3	Rasa	Dominan manis	Manis sedikit asam

Keterangan:

F1 : Granul *effervescent* dengan bahan pengikat PVP K30 K30 : 5 %

F2 : Granul *effervescent* dengan bahan pengikat CMC Na 1,5 %

Tampilan granul *effervescent* dapat dilihat pada gambar di bawah ini :



a. F1



b. F2

Gambar 1. Granul *Effervescent*

Bahan pengikat PVP K30 memberikan hasil warna granul yang lebih menarik yaitu warna orange dari essens, PVP K30 yang merupakan bahan sintesis dan berwarna putih mampu mengeluarkan warna orange dengan baik. Sedangkan CMC Na merupakan bahan semi sintesis yang berasal dari alam dengan serbuk berwarna putih kekuningan sehingga dapat mempengaruhi warna granul.

Bentuk granul PVP K30 lebih sferis dibandingkan CMC Na, hal ini menandakan dikarenakan PVP K30 memiliki daya pengikat lebih baik dibanding CMC Na.

Tabel 3. Hasil uji kecepatan alir, sudut istirahat, rasio Hausner dan Indeks kompresibilitas

No	Pengamatan	F1	F2
1	Kecepatan alir (gram/detik)	20,20 ± 0,01	22,88 ± 0,11
2	Sudut istirahat	30,1 ± 1,13 °	28,9 ± 0,25 °
3	Rasio hausner	1,19 ± 0	1,19 ± 0
4	Indeks kompresibilitas (%)	16,04 ± 0,89	16,05 ± 1,21

Keterangan:

F1 : Granul *effervescent* dengan bahan pengikat PVP K30 5 %

F2 : Granul *effervescent* dengan bahan pengikat CMC Na 1,5 %

Granul *effervescent* yang dihasilkan dari bahan pengikat PVP K-30 dan CMC Na masing-masing memiliki sifat alir yang baik hal ini dapat dilihat dari hasil evaluasi : kecepatan alir 100 gram granul yang memenuhi syarat adalah < 10 detik; sudut istirahat ≤ 30° menunjukkan sifat alir sangat baik; rasio Hausner < 1,25 menunjukkan sifat alir baik; cars index 11-18 % menunjukkan sifat alir yang baik [4]. Granul dengan bahan pengikat PVP K30 dan CMC Na memiliki rasio hausner dan indeks kompresibilitas yang tidak berbeda makna (rasio hausner sig 0,364 > 0,05 dan indeks kompresibilitas sig 0,986 > 0,05) namun memiliki nilai kecepatan alir yang berbeda bermakna (kecepatan alir sig 0,027 < 0,05). Ketiganya diuji menggunakan *independent t test*.

Tabel 4. Hasil uji kadar air, waktu melarut, tinggi busa dan nilai pH

No	Pengamatan	F1	F2
1	Kadar air	1,5 % ± 1,4	1 % ± 1,4
2	Waktu dispersibilitas (menit)	5,5 ± 0	1,2 ± 1,25
3	Tinggi Busa	1 ± 0 cm	3,5 ± 0 cm
4	Nilai pH	4,85 ± 0,02	5,05 ± 0,02

Keterangan:

F1 : Granul *effervescent* dengan bahan pengikat PVP K3 : 5 %

F2 : Granul *effervescent* dengan bahan pengikat CMC Na : 1,5 %

Kadar air granul *effervescent* dengan bahan pengikat PVP K-30 dan CMC Na tidak berbeda secara bermakna ($\text{sig } 0,346 > 0,05$) menggunakan uji *Mann Whitney* dikarenakan data yang tidak normal dan homogen. Kadar air kedua formula memenuhi persyaratan yaitu kadar air granul yaitu 1-5 %. Untuk granul *effervescent*, semakin kecil kadar air maka akan semakin baik kualitas granul [7].

Waktu dispersibilitas granul *effervescent* dengan bahan pengikat PVP K-30 dan CMC Na berbeda secara bermakna ($\text{sig } 0,034 < 0,05$) menggunakan uji *Mann Whitney*. Granul dengan pengikat PVP K-30 memberikan waktu rata-rata $5,5 \pm 0$ menit, waktu ini tidak memenuhi persyaratan waktu dispersibilitas yaitu < 5 menit. Sedangkan granul dengan pengikat CMC Na memiliki rata-rata waktu dispersibilitas yang memenuhi persyaratan yaitu $1,2 \pm 1,25$ menit. Daya pengikat PVP K-30 lebih kuat dibanding CMC Na, sehingga memerlukan waktu bagi pelarut air untuk membasahi granul dan bereaksi dengan komponen asam dan basanya. Selain itu fungsi lain CMC Na sebagai suspending agent turut membantu meningkatkan kecepatan dispersi granul pada air [10].

Tinggi busa menunjukkan reaksi asam basa yang terjadi, persyaratan tinggi busa adalah 3-5 cm. Tinggi busa pada angka tersebut menunjukkan bahwa reaksi asam-basa terjadi dengan sempurna sehingga kelarutan bahan aktif menjadi maksimal [11]. Hasil tinggi busa linier waktu dispersibilitas, semakin lama proses reaksi asam dan basa yang terjadi akan menyebabkan tinggi busa yang dihasilkan akan semakin rendah. Granul dengan PVP K-30 tidak memenuhi persyaratan tinggi busa, sedangkan granul dengan CMC Na memenuhi persyaratan.

Nilai pH yang dihasilkan dari granul *effervescent* PVP K-30 dan CMC Na menunjukkan berbeda secara bermakna ($\text{sig } 0,000 < 0,05$) menggunakan uji *Independent t test*. Nilai pH granul *effervescent* dengan pengikat PVP K30 setelah didispersikan ke air lebih asam yaitu $4,85 \pm 0,02$ dibanding dengan pengikat CMC Na yaitu $5,05 \pm 0,02$. Hal ini dapat disebabkan perbedaan pH dari kedua jenis pengikat tersebut, pH PVP K30 (5 % b/v dalam larutan air) adalah 3- 7 sedangkan pH CMC Na (1% b/v dalam larutan air) adalah 6-8 [10]. Kedua granul *effervescent* tersebut cenderung asam namun demikian masih dapat diminum. Untuk formula dapat dihitung kembali jumlah

perbandingan komposisi asam dan basa yang digunakan.

Tabel 5. Hasil uji hedonis

No	Pengamatan	F1	F2
1	Warna	4,04	3,6
2	Aroma	3,76	3,2
3	Rasa	3,2	3,08

Keterangan:

F1 : Granul *effervescent* dengan bahan pengikat PVP K30: 5 %

F2 : Granul *effervescent* dengan bahan pengikat CMC Na: 1,5 %

Dari hasil uji hedonis didapatkan hasil granul *effervescent* dengan PVP K30 lebih disukai dari segi warna, aroma dan rasa dibanding dengan granul *effervescent* CMC Na.

Bahan pengikat PVP K-30 dan CMC Na memberikan hasil kadar air dan sifat alir yang baik. Granul *effervescent* dengan PVP K-30 memberikan hasil organoleptik dan hedonis yang lebih baik dibanding CMC Na, namun demikian dari segi waktu dispersibilitas dan tinggi busa tidak memenuhi persyaratan.

Sifat dari bahan pengikat CMC Na, yang memiliki waktu dispersibilitas cepat dan tinggi busa yang memenuhi persyaratan dapat dijadikan pertimbangan untuk formula granul *effervescent* ekstrak daun Antin 3 dengan kombinasi bahan pengikat PVP K-30 (diturunkan konsentrasinya) dan CMC Na..

4. KESIMPULAN

Bahan pengikat PVP K-30 dan CMC Na memberikan pengaruh terhadap waktu dispersibilitas dan pH, namun tidak berpengaruh terhadap rasio hausner, indeks kompresibilitas dan kadar air. Waktu dispersibilitas dan tinggi busa granul *effervescent* PVP K-30 tidak memenuhi persyaratan namun uji organoleptik dan uji hedonis memberikan nilai yang lebih baik dibanding granul *effervescent* CMC Na.

5. UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Akademi Farmasi Surabaya.

6. PENDANAAN

Pendanaan penelitian ini adalah berasal dari pendanaan penelitian internal Akademi Farmasi Surabaya.

7. KONFLIK KEPENTINGAN

Seluruh penulis menyatakan tidak terdapat potensi konflik kepentingan dengan penelitian, kepenulisan (*authorship*), dan atau publikasi artikel ini.

yang mempunyai k. Pharmacy.
2010;07(02):77–89

DAFTAR PUSTAKA

1. Dipahayu D, Kusumo Gondo G. 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. 3 rd Jt Conf Unair-USM, Int Conf Pharm Heal Sci 2020 Non Proceeding. 2020;
2. Kelsey NA, Wilkins HM, Linseman DA. Nutraceutical antioxidants as novel neuroprotective agents. *Molecules*. 2010;15(11):7792–814.
3. Sriarumtias FF. Formulasi Granul Effervescent Ekstrak Pandan Laut (*Pandanus tectorius* Parkinson ex Du Roi) Sebagai Analgetik. *Pharmauho J Farm Sains, dan Kesehat*. 2020;6(2):60.
4. J LVA, HCA. *Pharmaceutical Dosage Form and Drug Delivery System* 10 th edition. S H, editor. Philadelphia: Wolters Kluwer Health; 2014.
5. Kailaku SI, Sumangat J, Hernani. Formulasi Granul Efervesen Kaya Antioksidan Dari Ekstrak Daun Gambir. *J Pascapanen*. 2012;9(1):27–34.
6. Palobo FN, Yamlean PVY, Yulistira A, Unsrat FF. Formulasi Granul Effervescent Ekstrak Daun Leilem (*Clerodendrum minahassae* L). *Pharmacon UNSRAT*. 2012;1(2):64–71.
7. Kartikasari R, Astuti Yuni I, Dwi H. Formula Granul Instan Ekstrak Temulawak (*Curcuma Xanthorrhiza* Roxb) Dengan Kombinasi Gelatin Dan Dekstrin. *Pharm J Farm Indones*. 2009;06(01):86–100.
8. Rahmawati IF, Pribadi P, Hidayat IW. Formulasi dan evaluasi granul effervescent ekstrak daun binahong (*Anredera cordifolia* (Tenore) Steen.). *Pharmaciana*. 2016;6(2).
9. Rahmi W. Formulasi Suspensi Kering Efervesen Ekstrak Akar *Acalypha indica* Linn. Menggunakan Pati Ganyong Terpregelatinasi Sebagai Eksiipien Secara Granulasi Peleburan. *Univ Indones*. 2009;112.
10. Rowe et al. *Poloxamer : Handbook of Pharmaceutical Excipients*, Sixth Edition. *Handb Pharm Excipients*, Sixth Ed. 2009;110–3.
11. Diniatik, Astuti IY, Apriani R. Pegal linu adalah rasa nyeri pada bagian tertentu yang dapat timbul karena kelelahan setelah bekerja, olah raga, dan sebagainya atau merupakan suatu gejala penyakit seperti masuk angin, pilek, dan sebagainya. *Simplisia* disusun diperlukan