

Optimization of Formula Film based on Amylopectin Cassava Starch and Carrageenan as a Raw Materials of Capsule Shell

(Optimasi Formula Film Berbasis Amilopektin Pati Singkong dan Karagenan sebagai Bahan Baku Cangkang Kapsul)

G Jeni Christi A¹, Laksmi Ambarsari¹, Heri Purwoto^{2*}

¹*Department of Biochemistry, Bogor Agricultural University, Bogor, 16680, Indonesia*

²*LAPTIAB, Indonesian Agency for the Assessment and Application of Technology, Tangerang*

Received : 27 July 2016; Accepted: 5 January 2016

*Corresponding author: Dr. Ir. Heri Purwoto, M.Eng; Laboratoria Pengembangan Teknologi Industri Agro dan Biomedika BPPT, Kompleks Puspitek Gedung 610, Serpong; E-mail: otowrup@yahoo.com

ABSTRACT

Capsules are very important in the packaging of pharmaceutical preparations. Commercial capsule shell is generally made of gelatin from cows and pigs. Alternatives to gelatin from non-animal raw materials can be obtained from polysaccharides like starch and carrageenan. The purpose of this study was to obtain the optimum formula between amylopectin and carrageenan as a raw material substitute for gelatin capsule shell. Program Design Expert 7.0.0 (trial version) with Response Surface Methodology (RSM) Central Composite Design was used to optimize formula with three variable factors and three response variables. Based on the analysis by determining the adjusted range, program recommends 29 optimization solution with desirability value 1. Formula 6 and 28 was selected for validation with factors 1,01 % of amylopectin, 1.01 % of carrageenan, 2.17 % of glycerin (formula 6) and 3.00 % of amylopectin, 2.00 % of carrageenan, 2.90 % of glycerin (formula 28). Prediction response value was 12.94 % of moisture content, 6.35 % of ash content (formula 6) and 12.99 % of moisture content, 8.67 % of ash content (formula 28). Validation result value was 21.45 % of moisture content, 7.58 % of ash content, 6.12 minutes of solubility in water (formula 6) and 17.67 % of moisture content, 7.78 % of ash content, 9.30 minutes of solubility in water.

Keywords: amylopectin cassava starch, capsule shell, carrageenan, formula optimization

ABSTRAK

Kapsul sangat penting dalam pengemasan sediaan obat. Cangkang kapsul komersial umumnya berasal dari gelatin sapi atau babi. Alternatif pengganti gelatin dari bahan non hewani dapat diperoleh dari polisakarida seperti pati dan karagenan. Tujuan dari penelitian ini adalah mendapatkan

formula optimum antara amilopektin dan karagenan sebagai bahan baku cangkang kapsul pengganti gelatin. Program Design Expert 7.0.0 (trial version) dengan Response Surface Methodology (RSM) Central Composite Design digunakan untuk mengoptimasi formula dengan tiga variabel faktor dan tiga variabel respon. Berdasarkan analisis dengan penentuan range yang disesuaikan, program merekomendasikan 29 solusi optimasi dengan nilai desirability 1. Solusi 6 dan 28 dipilih untuk divalidasi dengan faktor-faktor yaitu amilopektin 1.01 %, karagenan 1.01 %, gliserin 2.17 % (formula 6) dan amilopektin 3.00 %, karagenan 2.00 % dan gliserin 2.90 % (formula 28). Nilai respon prediksi yaitu kadar air 12.94 %, kadar abu 6.35 % (formula 6) dan kadar air 12.99 %, kadar abu 8.67 % (formula 28). Nilai hasil validasi yaitu kadar air 21.45 %, kadar abu 7.5 %, kelarutan dalam air 6.12 menit (formula 6) dan kadar air 17.67 %, kadar abu 7.78 %, kelarutan dalam air 9.30 menit (formula 28).

Kata kunci: amilopektin pati singkong, cangkang kapsul, karagenan, optimasi formula

1. PENDAHULUAN

Kapsul merupakan bahan yang sangat penting dalam pengemasan sediaan obat. Cangkang kapsul komersial umumnya terbuat dari bahan gelatin yang berasal dari babi atau sapi dimana sumber gelatin tersebut menjadi masalah untuk kalangan tertentu terkait kehalalannya. Alternatif sumber gelatin dapat diperoleh dari ikan dan unggas, akan tetapi volume gelatin yang dihasilkan relatif kecil sehingga diperlukan alternatif pengganti gelatin dari bahan non hewani seperti polisakarida (Suryani *et al.* 2009, Sahilah *et al.* 2012). Polisakarida seperti pati, karagenan, alginat, pektin dan gum arab dapat dijadikan sebagai bahan baku pembuat cangkang kapsul pengganti gelatin.

Indonesia merupakan negara kepulauan yang sebagian besar wilayahnya berupa perairan dengan potensi hasil kelautan yang cukup besar. Salah satu potensinya adalah rumput laut yang memiliki nilai ekonomi tinggi terutama rumput laut merah dari jenis *Eucheuma cottonii* yang menghasilkan κ -karagenan dengan sifat gel yang keras dan kokoh dengan adanya ion kalium. Karagenan banyak dimanfaatkan dalam industri

sebagai pengental, stabilizer dan pembentuk gel pada makanan dan produk lainnya (Bawa *et al.* 2007, Abdou dan Sorour 2014, Handito 2011).

Singkong merupakan salah satu hasil perkebunan yang mengandung pati yang sangat tinggi. Kandungan pati dalam singkong bisa mencapai 90 % (Cui 2005). Menurut Biro Pusat Statistik (2014), produksi tanaman singkong di Indonesia pada tahun 2013 mencapai 23.936.921 ton. Jika dilihat kandungan pati pada singkong sebesar 90 %, maka pada tahun tersebut dapat menghasilkan 21.543.228 ton pati singkong. Produksi pati yang tinggi, penanamannya yang mudah dan mudah didapatkan di Indonesia menjadikan singkong sangat potensial dijadikan sebagai bahan baku pembuat cangkang kapsul. Pati merupakan homopolimer glukosa dengan ikatan α -glikosidik yang terdiri dari dua fraksi yaitu amilopektin dan amilosa. Amilopektin memiliki sifat alir dan daya kopresibilitas yang kurang baik, tetapi memiliki sifat granuler yang mengembang dan daya pengikat yang baik, sehingga sangat berpotensi untuk dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan cangkang kapsul pengganti gelatin (Oktavia *et al.* 2013).

Pembuatan cangkang kapsul berbasis pati ketela produksi lokal telah dilakukan oleh Saleha dan Desiyana (2011) yang menyarankan penambahan senyawa hidrokoloid seperti karagenan, alginat atau pektin untuk memperbaiki sifat fisik dan mekaniknya. Tujuan dari penelitian ini yaitu untuk menentukan formula optimum antara amilopektin dan karagenan sebagai bahan baku cangkang kapsul. Optimasi formula film dilakukan menggunakan program *Design Expert 7.0.0 (trial version) Response Surface Methodology (RSM) Central Composite Design*. Variabel bebas yang digunakan yaitu persentase amilopektin, karagenan dan gliserin, sedangkan variabel respon yang akan diukur dan dioptimasi yaitu kadar air, kadar abu dan kelarutan dalam air.

2. METODOLOGI

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu amilopektin pati singkong, karagenan (Galic), gliserin (PT. Brataco) dan air demineralisasi. Alat yang digunakan adalah pengaduk magnet, neraca analitik (Kern ABS 220-4N), *hotplate* (Cimarec), *disintegration tester* (Ereweka), oven (Memmert), dan tanur (Fuji).

Penelitian ini diawali dengan pengujian mutu bahan baku amilopektin dan karagenan yang meliputi kadar air dan kadar abu. Tahap selanjutnya adalah optimasi formula film yang dimulai dari 1) pembuatan rancangan formulasi dan respon, 2) formulasi, 3) analisis respon, 4) optimasi dilanjutkan dengan verifikasi dan pencetakan kapsul hasil verifikasi.

Karakterisasi Bahan Baku

Mutu amilopektin dan karagenan sebagai bahan baku dilakukan dengan uji kadar air

(AOAC 2005) dan pengujian kadar abu (AOAC 2005).

Pembuatan Rancangan Formulasi dan Respon

Pembuatan rancangan formulasi dan respon dilakukan dengan menggunakan program *Design Expert 7.0.0*. Pada penelitian ini variabel bebas yang digunakan yaitu persentase amilopektin, karagenan dan gliserin. Respon yang diukur dan dioptimasi meliputi kadar air, kadar abu dan kelarutan dalam air. Penentuan variabel bebas diperoleh dari kajian penelitian sebelumnya (Anggraeni 2011, Saleha dan Desiyana 2011, Anthony 2009) dan dilakukan *trial and error* untuk penentuan batas maksimum dan minimum (Tabel 2). Nilai batas minimum dan maksimum dimasukkan ke dalam program *Design Expert 7.0.0 RSM Central Composite Design* untuk diacak. Setelah dilakukan pengacakan kombinasi, didapatkan 20 rancangan formula yang akan dianalisis (Tabel 3) dengan respon yang akan diukur dan dioptimasi yaitu kadar air, kadar abu dan kelarutan dalam air.

Pengukuran Kadar Air (AOAC 2005)

Cawan dikeringkan pada suhu 105 °C selama 30 menit kemudian didinginkan dalam desikator dan ditimbang. Sebanyak ± 3 gram sampel dimasukkan ke dalam cawan dan di oven pada suhu 105 °C selama 3 jam kemudian didinginkan dalam desikator lalu ditimbang. Kadar air ditentukan dengan persamaan:

$$\text{Kadar Air (\%)} = \frac{(x - y)}{x} \times 100 \%$$

dengan : x = bobot sampel mula-mula (g)
 y = bobot sampel kering (g)

Pengukuran Kadar Abu (AOAC 2005)

Sampel yang telah diuapkan airnya dipijarkan dalam tanur bersuhu 60 °C (berat cawan dan sampel diketahui). Proses tanur dilakukan selama ± 3 jam sampai semua sampel berubah warna menjadi abu-abu. Kadar abu ditentukan dengan persamaan:

$$\text{Kadar Abu (\%)} = \frac{\text{Berat abu (g)}}{\text{Berat sampel (g)}} \times 100 \%$$

Pengukuran Kelarutan dalam Air (Kapsulindo Nusantara 2007)

Air sebagai media pada pengukuran kelarutan dalam air dipanaskan hingga suhu 37 °C. Kemudian 6 sampel dimasukkan ke dalam 6 keranjang pada alat *disintegration tester*. Sampel kemudian dihancurkan dan waktu hancurnya dihitung secara manual menggunakan *stopwatch* yang terdapat pada *disintegration tester*.

Formulasi (modifikasi Abdou dan Sorour 2014, Anggraeni 2011)

Formulasi merupakan tahap pembuatan film sesuai dengan formula yang diberikan oleh program (Tabel 3). Proses pembuatan film dimulai dengan melarutkan x g amilopektin ke dalam x mL akuades hingga suhu 70 °C kemudian ditambahkan dengan x g gliserin. Pada waktu yang sama dilarutkan x g karagenan ke dalam x mL akuades hingga suhu 60 °C. Setelah ke dua suhu masing-masing larutan dicapai, dilakukan pencampuran ke dua larutan dan dipanaskan hingga suhu 90 °C ± 5 °C. Jika suhu pencampuran telah dicapai, kemudian larutan dituang ke cetakan film dan dikeringkan dalam ruang bersuhu 20 - 25 °C dengan kelembapan 40 - 45 % selama 48 jam. Setelah kering film diambil dan dibungkus dengan aluminium foil, disimpan dalam wadah

tertutup yang diisi dengan *silica gel* sebelum dilakukan analisa.

Analisis Respon

Analisis respon dilakukan menggunakan program *Design Expert 7.0.0*. Perbandingan ketepatan antara prediksi dan hasil penelitian dilakukan menggunakan *Analysis of Variance* (ANOVA).

Optimasi dan Validasi

Pada tahap optimasi, masing-masing respon ditentukan tujuan optimasinya dalam program *Design Expert 7.0.0*. Program melakukan optimasi sesuai dengan data variabel dan data pengukuran respon yang dimasukkan. Keluaran dari tahap optimasi adalah rekomendasi beberapa formula baru yang optimal menurut program (Tabel 8). Setelah didapatkan hasil optimasi, kemudian dilakukan validasi dan pencetakan kapsul.

3. HASIL

Karakteristik Bahan Baku

Hasil yang diperoleh dari analisis bahan baku dapat dilihat pada Tabel 1. Dari analisis bahan mutu baku didapatkan kadar air untuk amilopektin sebesar 13.12 % dengan kadar abu sebesar 0.12 %, sedangkan untuk karagenan didapatkan kadar air sebesar 8.24 % dan kadar abu sebesar 18.04 %.

Rancangan Formulasi dan Pengukuran Respon

Rancangan formulasi dilakukan dengan menggunakan program *Design Expert 7.0.0 Response Surface Methodology Central Composite Design*. Dari hasil trial and error didapatkan

nilai batas maksimum dan minimum variabel faktor yang akan digunakan (Tabel 2).

Nilai-nilai tersebut (Tabel 2) kemudian dimasukkan ke dalam program untuk dilakukan pengacakan kombinasi, dan diperoleh 20 rancangan formulasi (Tabel 3). Selanjutnya hasil rancangan formula tersebut dilakukan pengukuran respon yang meliputi kadar air, kadar abu dan kelarutan dalam air, sehingga diperoleh hasil pengukuran respon (Tabel 4). Nilai-nilai hasil pengukuran respon tersebut kemudian dima-

sukkan ke dalam program *Design Expert 7.0.0* untuk dilakukan analisis dari tiap-tiap respon sebelum dilakukan optimasi dari respon yang diinginkan.

Respon Kadar Air

Nilai respon kadar air yang dihasilkan berkisar antara 9.91 % sampai 25.29 %. Pada analisis keragaman (ANOVA) (Tabel 5) menunjukkan bahwa model yang terpilih untuk respon kadar air adalah interaksi dengan nilai R^2 yang

Tabel 1 Hasil analisis dan syarat mutu bahan baku

	Parameter		Standar	
	Kadar Air	Kadar Abu	Kadar Air	Kadar Abu
Amilopektin	13.12 %	0.12 %	-	-
Karagenan	8.24 %	18.04 %	12 %*	15 % - 40 %*

*standar FAO 2007

Tabel 2 Kisaran nilai variabel bebas

Komponen	Variabel Faktor	Minimum	Maksimum
A	Amilopektin (%)	1	3
B	Karagenan (%)	1	2
C	Gliserin (%)	2	3

Tabel 3 Rancangan formulasi bahan baku kapsul menggunakan program *Design Expert 7.0.0*

Formula	Faktor			Formula	Faktor		
	Amp ¹ (%)	Kar ² (%)	Gly ³ (%)		Amp ¹ (%)	Kar ² (%)	Gly ³ (%)
1	3.00	1.00	2.00	11	3.68	1.50	2.50
2	3.00	2.00	2.00	12	3.00	2.00	3.00
3	1.00	2.00	2.00	13	0.32	1.50	2.50
4	2.00	1.50	3.34	14	2.00	1.50	2.50
5	2.00	1.50	2.50	15	2.00	0.66	2.50
6	2.00	1.50	2.50	16	2.00	1.50	2.50
7	2.00	1.50	1.66	17	1.00	1.00	2.00
8	3.00	1.00	3.00	18	2.00	1.50	2.50
9	1.00	1.00	3.00	19	2.00	1.50	2.50
10	2.00	2.34	2.50	20	1.00	2.00	3.00

Keterangan : ¹Amp: amilopektin (%), ²Kar: karagenan (%), ³Gly: gliserin (%)

Tabel 4 Hasil pengukuran respon

Formula	Respon			Formula	Respon		
	KAI ⁴ (%)	KAU ⁵ (%)	KDA ⁶ (%)		KAI ⁴ (%)	KAU ⁵ (%)	KDA ⁶ (%)
1	18.67	5.29	6'39"	11	18.29	7.68	7'15"
2	20.22	11.24	9'38"	12	14.00	8.46	9'17"
3	25.29	10.35	9'14"	13	21.53	7.60	9'00"
4	15.10	5.97	5'43"	14	15.47	7.59	5'37"
5	17.47	6.72	3'11"	15	17.02	4.30	6'29"
6	19.50	6.76	3'11"	16	17.48	7.29	8'09"
7	16.55	7.70	4'20"	17	9.91	7.36	4'56"
8	17.57	6.62	9'10"	18	20.91	7.18	6'26"
9	17.44	6.38	6'09"	19	17.27	7.84	5'42"
10	18.36	9.61	7'12"	20	18.99	8.86	9'41"

Keterangan : ⁴KAI: kadar air (%), ⁵KAU: kadar abu (%), ⁶KDA: kelarutan dalam air (menit)

lebih besar dibandingkan dengan model yang lain yaitu sebesar 0.7036. Selain itu, model yang dihasilkan signifikan dengan p lebih kecil dari 0.05 (< 0.0065). Nilai *lack of fit* diperoleh lebih besar dari 0.05 (0.4238) yang berarti *lack of fit* tidak signifikan, nilai *lack of fit* yang tidak signifikan ini menunjukkan adanya kesesuaian data respon kadar air dengan model yang dihasilkan.

Respon Kadar Abu

Nilai respon kadar abu yang dihasilkan berkisar antara 4.3 % sampai 11.244 %. Pada analisis keragaman (ANOVA) (Tabel 6) menunjukkan bahwa model yang terpilih untuk respon

kadar abu adalah linier dengan nilai R^2 yang lebih besar dibandingkan dengan model yang lain yaitu sebesar 0.7864. Selain itu, model yang dihasilkan signifikan dengan p lebih kecil dari 0.05 (< 0.0001). Nilai *lack of fit* diperoleh lebih besar dari 0.05 (0.0550) yang berarti *lack of fit* tidak signifikan, nilai *lack of fit* yang tidak signifikan ini menunjukkan adanya kesesuaian data respon kadar abu dengan model yang dihasilkan.

Respon Kelarutan dalam Air

Nilai kelarutan dalam air yang dihasilkan berkisar antara 4'02" – 9'41". Hasil analisis keragaman (ANOVA) pada Tabel 7 menunjuk-

Tabel 5 Analisis model respon kadar air

Model	Persamaan	Signifikan ($p < 0.05$)	Lack of fit ($p < 0.05$)	R^2
Interaksi	$Y = 11.96533A + 35.67605B + 17.23852C - 4.7375AB - 2.1375AC - 9.475BC$	0.0065	0.4238	0.7036

Keterangan : A: amilopektin, B: karagenan, C: gliserin

Tabel 6 Analisis model respon kadar abu

Model	Persamaan	Signifikan (p<0.05)	Lack of fit (p<0.05)	R ²
Linier	Y=-0.08827A+3.24969B-1.00016C	<0.0001	0.0550	0.7864

Keterangan : A: amilopektin, B: karagenan, C: gliserin

Tabel 7 Analisis model respon kelarutan dalam air

Model	Persamaan	Signifikan (p<0.05)	Lack of fit (p<0.05)	R ²
Mean, kuadrat	Y=-4.99398A-7.73978B-1.61844C +1.28013A ² +3.18308B ² +0.51022C ²	-, 0.0741	-, 0.7084	0.5406

Keterangan : A: amilopektin, B: karagenan, C: gliserin

kan bahwa model yang terpilih untuk respon kelarutan dalam air adalah kuadrat dengan nilai R² yang lebih besar dibandingkan dengan model yang lain yaitu sebesar 0.5406. Model yang dihasilkan tidak signifikan dengan p lebih besar dari 0.05 (0.0741). Nilai *lack of fit* diperoleh lebih besar dari 0.05 (0.7084) yang berarti *lack of fit* tidak signifikan, nilai *lack of fit* yang tidak

signifikan ini menunjukkan adanya kesesuaian data respon kelarutan dalam air dengan model yang dihasilkan.

Hasil Pencetakan Kapsul

Pada tahap akhir (tahap validasi) dilakukan pencetakan kapsul dari solusi optimasi yang dipilih yaitu formula 6 dan formula 28. Bentuk

Tabel 8 Formula hasil optimasi

No	¹ Amp (%)	² Kar (%)	³ Gly (%)	Kadar air (%)	Kadar abu (%)	Desirability
1	2.98	1.94	2.96	12.98	8.44	1
2	1.34	1.00	2.00	12.92	6.48	1
3	1.08	1.05	2.04	12.90	6.61	1
4	2.99	2.00	2.96	12.60	8.61	1
5	2.91	1.95	2.99	12.95	8.44	1
6	1.01	1.01	2.17	12.94	6.35	1
7	1.03	1.01	2.08	12.51	6.43	1
8	1.04	1.04	2.03	12.60	6.59	1
9	2.93	1.98	2.99	12.68	8.54	1
10	2.91	1.98	2.99	12.73	8.53	1
11	1.01	1.04	2.11	12.99	6.52	1
12	2.95	1.95	3.00	12.72	8.44	1
13	2.94	2.00	2.97	12.71	8.61	1
14	2.92	1.94	2.98	12.99	8.42	1

Keterangan : ¹Amp: amilopektin (%), ²Kar: karagenan (%), ³Gly: gliserin (%)

Tabel 8 Formula hasil optimasi (Lanjutan)

No	¹ Amp (%)	² Kar (%)	³ Gly (%)	Kadar air (%)	Kadar abu (%)	Desirability
15	1.30	1.00	2.01	12.85	8.648	1
16	2.90	1.97	2.98	12.91	8.52	1
17	1.05	1.06	2.02	12.78	6.66	1
18	1.13	1.01	2.12	12.96	6.40	1
19	3.00	1.98	2.92	12.98	8.58	1
20	2.95	1.97	2.97	12.83	8.50	1
21	1.03	1.00	2.13	12.70	6.38	1
22	3.00	1.92	3.00	12.80	8.32	1
23	1.18	1.00	2.07	12.83	6.42	1
24	1.07	1.03	2.06	12.71	6.53	1
25	2.96	1.96	2.97	12.82	8.49	1
26	1.07	1.06	2.02	12.96	6.68	1
27	1.18	1.00	2.08	12.84	6.41	1
28	3.00	2.00	2.90	12.99	8.67	1
29	2.91	1.96	2.98	12.94	8.47	1

Keterangan : ¹Amp: amilopektin (%), ²Kar: karagenan (%), ³Gly: gliserin (%)

Tabel 9 Perbandingan nilai respon prediksi solusi optimasi dengan nilai hasil validasi

Respon	Validasi	Prediksi	95 % Interval Prediksi	
			Rendah	Tinggi
Formula 6				
Kadar air (%)	21.45	12.94	13.32	22.37
Kadar abu (%)	7.58	6.35	5.75	9.32
Formula 28				
Kadar air (%)	17.67	12.99	13.32	22.37
Kadar abu (%)	7.78	8.67	5.75	9.32

dari kapsul yang dihasilkan dapat dilihat pada Gambar 1.

4. PEMBAHASAN

Karakteristik Bahan Baku

Hasil yang diperoleh dari uji mutu bahan baku dapat dilihat pada Tabel 1. Pengujian kadar air perlu dilakukan untuk mengetahui jumlah air yang terkandung dalam bahan baku berkaitan dengan mutu bahan baku tersebut (Fardhyanti dan Julianur 2015). Kadar air akan berpenga-

Tabel 10 Nilai validasi respon kelarutan dalam air

Formula	Validasi
Formula 6 (Menit)	6'12"
Formula 28 (Menit)	9'30"

ruh pada daya simpan bahan baku sebagai bahan dasar film. Hal ini terkait dengan aktivitas metabolisme yang terjadi selama penyimpanan seperti aktivitas mikroba dimana semakin tinggi kadar air maka daya simpan bahan baku akan semakin pendek karena akan mudah terkon-



Gambar 1 Hasil pencetakan kapsul (a) formula 6, (b) formula 28

taminasi oleh mikroba (Setiani *et al.* 2013, Le-werissa 2006).

Tinggi rendahnya kadar air suatu bahan baku ditentukan oleh sifat dan kemampuan bahan tersebut dalam menarik air serta proses pengeringan dan kadar air bahan baku itu sendiri (Dirhami *et al.* 2011). Hasil analisis menunjukkan bahwa karagenan dalam penelitian ini mengandung kadar air sebesar 8.24 % lebih kecil jika dibandingkan dengan standar FAO (2007) sebesar 12 %, hasil penelitian Agustin (2012) dan Evelin *et al.* (2011) masing-masing sebesar 10.03 % dan 9.09 %. Kadar air amilopektin yang diperoleh dari hasil analisis sebesar 13.12 %.

Kadar abu dari amilopektin dan karagenan yang diperoleh sebesar 0.12 % dan 18.04 % (Tabel 1). Pengujian kadar abu dilakukan untuk mengetahui kandungan komponen anorganik atau garam mineral yang tertinggal pada pembakaran dan pemijaran senyawa organik (Suptijah *et al.* 2012). Nilai kadar abu suatu bahan dapat menunjukkan besarnya jumlah mineral yang terkandung dalam bahan tersebut. Semakin tinggi kadar abu suatu bahan, maka semakin rendah kemurniannya. Tinggi rendahnya nilai kadar abu dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor, diantaranya dapat dipengaruhi oleh pro-

ses demineralisasi pada saat pembuatan bahan baku dan kandungan mineral yang berbeda pada sumber bahan baku tersebut. Kadar abu yang diperoleh untuk karagenan jika dibandingkan dengan standar FAO (2007) yaitu sebesar 15 % - 40 % telah memenuhi standar.

Rancangan Formulasi dan Pengukuran Respon

Tujuan dari rancangan formulasi yaitu untuk menentukan formula/perlakuan yang akan dianalisis di laboratorium. Rancangan formulasi dilakukan dengan menggunakan program *Design Expert 7.0.0 Response Surface Methodology Central Composite Design* untuk menentukan variabel faktor. Hasil dari tahapan ini adalah rekomendasi formula oleh program yang akan dianalisis dimana jumlah rekomendasi formulanya tergantung dari berapa jumlah variabel faktor yang digunakan. Penentuan variabel faktor diperoleh berdasarkan kajian penelitian sebelumnya (Saleha dan Desiyana 2011, Anggraeni 2011, dan Anthony 2009) dan dilakukan *trial and error* untuk menentukan batas minimum dan maksimum dari variabel faktor yang akan digunakan. Berdasarkan hasil *trial and error* yang telah dilakukan didapatkan nilai batas minimum

dan maksimum seperti pada Tabel 2. Setelah didapatkan nilai minimum dan maksimum, nilai tersebut dimasukkan ke dalam program untuk dilakukan pengacakan kombinasi. Setelah dilakukan pengacakan kombinasi didapatkan 20 rancangan formula rekomendasi program yang akan dianalisis di laboratorium (Tabel 3) dengan respon yang diukur dan dioptimasi meliputi kadar air, kadar abu dan kelarutan dalam air yang merupakan bagian dari standar cangkang kapsul komersial. Standar cangkang kapsul komersial meliputi bobot cangkang kapsul (69-83 mg/100 cangkang kapsul), kadar air (13 % - 16 %), kadar abu (< 15 %), derajat keasaman (pH) (5 – 7) dan kelarutan dalam air (< 15 menit) (Kapsulindo Nusantara 2007).

Respon Kadar Air

Respon kadar air sangat penting ditentukan nilainya karena berkaitan dengan ketahanan cangkang kapsul terhadap aktivitas dari mikroba. Produk dari bahan organik umumnya akan ditumbuhi oleh jamur dan kapang jika kadar airnya lebih dari 20 % sampai dengan 60 %, sedangkan jika kadar airnya melebihi 60 % akan mudah untuk ditumbuhi oleh bakteri sehingga kadar air menjadi salah satu parameter penting yang harus dipenuhi untuk cangkang kapsul komersial (Junianto *et al.* 2013).

Persamaan model respon kadar air (Tabel 5) menunjukkan bahwa kadar air akan menurun dengan peningkatan interaksi amilopektin dan karagenan, amilopektin dan gliserin, karagenan dan gliserin, dan karagenan dan gliserin. Hal tersebut ditunjukkan dengan nilai konstanta yang negatif. Kadar air akan mengalami peningkatan dengan menurunnya persentase amilopektin, karagenan, dan gliserin.

Peningkatan persentase jumlah tepung (amilopektin dan karagenan) akan cenderung menurunkan kadar air cangkang kapsul. Meningkatnya persentase tepung menyebabkan jumlah polimer yang menyusun matriks film meningkat. Semakin banyak jumlah polimer penyusun matriks akan meningkatkan jumlah padatan dan menyebabkan persentase air yang tertinggal dalam matriks menjadi semakin kecil sehingga kadar air dalam cangkang kapsul akan semakin rendah (Amaliya dan Putri 2014, Kusumawati dan Putri 2013).

Respon Kadar Abu

Abu merupakan bahan organik berupa mineral yang harus diusahakan seminimal mungkin keberadaannya dalam cangkang kapsul yaitu tidak boleh lebih dari 5 %. Kadar abu menunjukkan komponen anorganik atau mineral sisa pembakaran bahan organik, dimana semakin banyak kandungan mineral maka kadar abu menjadi semakin besar (Junianto *et al.* 2013). Besaran kadar abu yang terkandung dalam suatu produk dapat menunjukkan tingkat kemurnian dari produk tersebut. Tingkat kemurnian tersebut dipengaruhi oleh komposisi dan juga kandungan mineral dalam suatu bahan baku.

Persamaan model respon kadar abu (Tabel 6) menunjukkan bahwa kadar abu akan menurun dengan peningkatan persentase amilopektin dan gliserin, yang ditunjukkan dengan nilai konstanta yang negatif. Kadar abu akan mengalami peningkatan dengan menurunnya persentase karagenan.

Respon Kelarutan dalam Air

Kelarutan dalam air (waktu hancur) merupakan waktu yang diperlukan untuk han-

curnya kapsul sehingga tidak ada bagian yang tertinggal. Sebagai pembungkus sediaan obat, cangkang kapsul haruslah mudah dimetabolisme oleh tubuh karena setelah ditelan oleh pasien, kapsul akan langsung menuju ke lambung sehingga cangkang kapsul sudah harus hancur dalam waktu kurang dari 15 menit.

Persamaan model kelarutan dalam air (Tabel 7) menunjukkan bahwa respon kelarutan dalam air akan menurun dengan peningkatan persentase amilopektin, karagenan dan gliserin. Hal tersebut ditunjukkan dengan nilai konstanta yang negatif. Peningkatan persentase tepung (karagenan dan amilopektin) akan meningkatkan jumlah padatan sehingga meningkatkan ketebalan cangkang kapsul. Cepat atau lambatnya waktu yang dibutuhkan oleh kapsul untuk hancur dipengaruhi oleh ketebalan kapsul, semakin tebal kapsul maka waktu yang dibutuhkan untuk hancur akan semakin lama (Ku *et al.* 2010, Suptijah *et al.* 2012) Kelarutan dalam air akan mengalami peningkatan dengan menurunnya kuadrat persentase amilopektin, karagenan dan gliserin.

Hasil Analisis Optimasi dan Validasi

Optimasi merupakan bagian dari kegiatan penelitian dan pengembangan proses maupun produk, baik yang telah ada maupun penemuan baru untuk menghasilkan produk maupun proses dengan biaya yang minimal. Peubah bebas (faktor) dan peubah tidak bebas (respon) merupakan hal yang sangat mempengaruhi dalam penelitian yang menggunakan teknik optimasi. Teknik optimasi yang digunakan adalah *Resonse Surface Methodology (RSM) Central Composite Design (CCD)* menggunakan *software Design Expert 7.0.0* keluaran Stat-Ease Inc. USA. Optimasi dilakukan setelah didapatkan model matematika

untuk masing-masing respon. Tujuan dilakukannya optimasi adalah untuk mendapatkan kombinasi model yang terbaik sehingga menghasilkan respon yang sesuai dengan yang diinginkan. Nilai optimasi terbaik ditunjukkan dengan nilai *desirability* yang mendekati satu sampai satu. Kisaran nilai *desirability* adalah 0 – 1.

Setelah semua variabel dan respon ditentukan *goal* dan batasannya, program *Design Expert 7.0.0* akan melakukan analisis untuk mendapatkan nilai optimumnya dengan melihat nilai *desirability*. Solusi optimal yang didapat setelah diolah oleh program *Design Expert 7.0.0* dapat dilihat pada Tabel 8.

Berdasarkan analisis dari tiga variabel faktor dan dua variabel respon yang ada serta dengan penentuan *range* yang telah disesuaikan, program *Design Expert 7.0.0* merekomendasikan solusi optimasi penelitian ini sebanyak 29 formula optimasi dengan nilai *desirability* sebesar 1. Hasil optimasi dari 29 formula tersebut diambil sebanyak dua formula yaitu formula 6 dan formula 28 untuk kemudian divalidasi. Faktor-faktor pada formula 6 diantaranya adalah persentase amilopektin 1.01 %, karagenan 1.01 % dan gliserin 2.17 %, sedangkan pada formula 28 diantaranya yaitu persentase amilopektin 3.00 %, karagenan 2.00 % dan gliserin 2.90 % dengan *desirability* masing-masing sebesar 1.

Pada tahap ini, nilai respon aktual akan dibandingkan dengan nilai respon prediksi yang diberikan program dan standar cangkang kapsul komersial. Menurut Madamba (2005), model akan dinilai baik dan memadai jika nilai prediksi respon yang dihasilkan mendekati nilai verifikasi pada kondisi aktual. Program memberikan nilai respon prediksi yang diikuti selang prediksinya 95 %. Definisi 95 % pada selang prediksi menunjukkan nilai kepercayaan dari

pengamatan individual sebesar 95 %. Selang prediksi atau PI (*Prediction Interval*) dibagi menjadi dua yaitu, 95 % PI rendah dan 95 % PI tinggi. PI rendah adalah nilai terendah dari interval yang diprediksikan, sedangkan PI tinggi adalah nilai tertinggi dari interval yang diprediksikan. Nilai pada kolom aktual didapatkan dari hasil pengamatan laboratorium sedangkan nilai pada kolom prediksi dan 95 % PI didapatkan dari hasil pengolahan program *Design Expert 7.0.0*. Perbandingan nilai respon prediksi solusi optimasi program dengan nilai hasil aktual dan standar cangkang kapsul komersial dapat dilihat pada Tabel 9.

Tahapan validasi bertujuan untuk membuktikan nilai respon dari solusi optimasi yang direkomendasikan. Setelah dilakukan validasi, didapatkan film dengan kadar air 21.45 % (formula 6) dan 17.67 % (formula 28) serta kadar abu 7.58 % (formula 6) dan 7.78 % (formula 28). Apabila dibandingkan dengan standar cangkang kapsul komersial maka film yang dihasilkan belum memenuhi standar, dimana standar untuk kadar air berkisar antara 13 % sampai 16 % dan standar untuk kadar abu yaitu kurang dari 5 %. Apabila dibandingkan dengan nilai respon prediksi yang diberikan oleh program, nilai respon hasil validasi tidak berbeda jauh dari nilai respon prediksi karena masih berada dalam selang prediksi. Berdasarkan hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa solusi optimasi yang direkomendasikan oleh program sudah cukup baik.

Hasil Pencetakan Kapsul

Hasil pencetakan kapsul formula 6 (Gambar 1a) dan formula 28 (Gambar 1b) menunjukkan bahwa kapsul formula 6 memiliki tekstur yang lebih lunak dibandingkan dengan kapsul formula 28, hal ini karena padatan ter-

larut pada kapsul formula 28 lebih tinggi dibandingkan kapsul formula 6 yang dapat dilihat dari peningkatan konsentrasi amilopektin dan karagenan pada formula 28. Konsentrasi amilopektin dan karagenan pada formula 6 yaitu 1.01 % dan 1,01 %, sedangkan pada formula 28 yaitu 3 % dan 2 %, sehingga menyebabkan kapsul yang terbentuk pada formula 28 lebih kokoh dan keras. Akan tetapi, bentuk kapsul yang didapatkan dari hasil penelitian belum memenuhi bentuk yang diinginkan seperti pada kapsul gelatin. Kekerasan kapsul yang didapat masih sangat kurang jika dibandingkan dengan kapsul dari gelatin, sehingga diperlukan adanya penambahan *filler* untuk memperkeras kapsul.

5. UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada Laboratoria Pengembangan Teknologi Industri Agro dan Biomedika (LAPTIAB) Badan Pengkaji dan Penerapan Teknologi (BPPT), Pusat Riset dan Teknologi (PUSPITEK) Serpong yang telah membiayai dan memfasilitasi penelitian ini.

6. DAFTAR PUSTAKA

- [AOAC] Association of Official Analytical Chemists. 2005. *Official Methods of Analysis AOAC International*. Washington: AOAC International.
- [BPS] Badan Pusat Statistik. 2014. *Tanaman Pangan*. http://www.bps.go.id.tnmn_pgn.php. Diakses pada tanggal 15 November 2014.
- [FAO] Food and Agricultural Organization. 2007. *Carrageenan*. FAO JECFA Monographs 4.
- Abdou ES, Sorour MA. 2014. Preparation and Characterization of Starch/Carrageenan *edible film*. *IFRJ*. 21(1):189-193.
- Agustin TI. 2012. Mutu Fisik dan Mikrostruktur Kamabako Ikan Nurisi (*Nemipterus nema-*

- tphorus*) dengan Penambahan Karagenan. *JPHPI*. 15(1):17-26.
- Amaliya RR, Putri WDR. 2014. Karakteristik Fisik dan Kimia *Edible Film* Pati Jagung dengan Penambahan Filtrat Kunyit Putih sebagai Antibakteri. *Jurnal Pangan dan Agroindustri*. 2(3):43-53.
- Anggraeni FD. 2011. Karakterisasi *Edible Film* dan Kapsul Berbahan Dasar Pati Sagu dengan Penambahan Gliserol dan Karaginan [Tesis]. Yogyakarta (ID): Universitas Gajah Mada.
- Anthony H. 2009. Production of Pharmaceutical Hard capsule Shell from Corn Starch [Bachelor's Thesis]. Serpong (ID): Swiss German University.
- Bawa IGAG, Putra AAB, Laila IR. 2007. Penentuan pH Optimum Isolasi Karaginan dari Rumput Laut Jenis *Eucheuma cottonii*. *Jurnal Kimia*. 1(1):15-20.
- Cui SW. 2005. *Food Carbohydrates Chemistry, Physical Properties, and Application*. London: CRC Press
- Dirhami A, Fardiaz D, Andarwulan N, Heruwati ES. 2011. Karakteristik Karagenan Hasil Isolasi *Eucheuma spinosum* (Alga Merah) dari Perairan Semenep Madura. *Jurnal Perikanan dan Kelautan*. 16(1):117-124.
- Evelin, Santoso J, Widjaja I. 2011. Kajian Konsentrasi dan Rasio Gelatin dari Kulit Ikan Patin dan Kappa Karagenan pada Pembuatan Jeli. *JPHPI*. 14(2):98-105.
- Fardhayanti DS, Julianur SS. 2015. Karakterisasi *Edible Film* Berbahan Dasar Ekstrak Karagenan dari Rumput Laut (*Eucheuma cottonii*). *JBAT*. 4(2):48-56.
- Handito D. 2011. Pengaruh Konsentrasi Karagenan Terhadap Sifat Fisik dan Mekanik *Edible film*. *Agroteksos*. 21:2-3.
- Junianto, Haetami K, Maulina I. 2013. Karakteristik Cangkang Kapsul yang Terbuat dari Gelatin Tulang Ikan. *Jurnal Akuatika*. 4(1):46-54.
- Kapsulindo Nusantara. 2007. Analysis Report on Pharmaceutical Capsule.
- Ku MS, Lu Q, Chen Y. 2010. Performance qualification of a new hypromellose capsule part II disintegration and dissolution comparison between two type of hypromellose capsule. *International Journal of Pharmaceutics*. 386:30-41.
- Kusumawati DH, Putri WDR. 2013. Karakteristik Fisik dan Kimia *Edible Film* Pati Jagung yang Diinkorporasi dengan Perasan Temu Hitam. *Jurnal Pangan dan Agroindustri*. 1(1):90-100.
- Lewerissa S. 2006. Isolasi dan Karakterisasi *Eucheuma cottonii* dari Tual Maluku Tenggara. *Ichthyos*. 5(1):27-32.
- Madamba PS, Yabes RP. 2005. Determination of optimum intermittent drying condition for rough rice (*Oryza sativa* L.). *Lebensm.-Wiss. u-Technol*. 38:157-165.
- Oktavia AD, Indiwati N, Destiarti L. 2013. Studi Awal Pemisahan Amilosa dan Amilopektin Pati Ubi Jalar (*Ipomea batatas Lam*) Dengan Variasi Konsentrasi n-Butanol. *JKK*. 2(3):153-156.
- Sahilah AM, Mohd. FL, Norrakiah AS, Aminah A, Wan AWM, Ma'aruf AG, Mohd. KA. 2012. Halal Market Surveillance of Soft and Hard Gel Capsules in Pharmaceutical Product Using PCR and Southern-Hybridization on The Biochip Analysis. *International Food Research Journal*. 19(1):317-375.
- Saleha S, Desiyana LS. 2011. Pembuatan Cangkang Kapsul Berbasis Pati Ketela Produksi Lokal. *Laporan penelitian – PDII LIPI*.
- Setiani W, Sudiarti T, Rahmidar L. 2013. Preparasi dan Karakterisasi *Edible Film* dari Poliblend Pati Sukun-Kitosan. *Valensi*. 3(2):100-109.
- Suptijah P, Suseno SH, Kurniawati. 2012. Aplikasi Karagenan Sebagai Cangkang Kapsul Keras Alternatif Pengganti Kapsul Gelatin. *JPHPI*. 15(3):223-231.
- Suryani N, Susilawati, Fajriani A. 2009. Kekuatan Gel Gelatin Tipe B dalam Formulasi Granul Terhadap Kemampuan Mukoadhesif. *Makara Kesehatan*. 13(1):1-4.