

## PENGGUNAAN BIOPOLIMER POLIKAPROLAKTON SEBAGAI Matrik HERBISIDA LEPAS LAMBAT ASAM 2,4-DIKLOROFENOKSI ASETAT

Akmal Djamaan<sup>1</sup>, Maria Ulfa<sup>2</sup> dan Netty Suharti<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Fakultas Farmasi, Universitas Andalas (UNAND), Padang

<sup>2</sup>Sekolah Tinggi Ilmu Farmasi (STIFARM), Padang

### ABSTRACT

The formulation of microcapsule of 2,4-dichlorophenoxy acetate acid using biopolymer polycaprolactone as a matrix using solvent evaporation method has been carried out. The microcapsule formula was used three types with the ratio 2:1, 1:1, 1:2 between 2,4-dichlorophenoxy acetate acid and polycaprolactone. Distribution particle test was used calibrated microscope. Active substance release test was detected by UV-Vis spectrophotometer. Polycaprolactone can be used as the matrix polymer for slow release preparations and influence to the release of active substance 2,4-dichlorophenoxyacetate acid. Result showed that recovery test of the formula-2 containing 86.5 % higher than formula-1, 84.5% and formula-3 78.2%. Model of the kinetics of the release active substance from microcapsule which correlation coefficient close to one is formula-1 which follow zero order kinetics.

**Keywords:** *polikaporolakton, 2,4-D, herbisida*

### PENDAHULUAN

Herbisida merupakan salah satu dari pestisida yang sudah lama dipergunakan. Herbisida adalah bahan kimia yang dipergunakan untuk membunuh gulma sehingga dapat meningkatkan produksi pertanian (Sudarmo, 1991). Salah satu herbisida yang biasa digunakan untuk mengendalikan gulma adalah asam 2,4-diklorofenoksi asetat (2,4-D). Herbisida ini bersifat selektif yang aktif menghambat pertumbuhan gulma berdaun lebar. Herbisida ini biasanya diberikan melalui penyemprotan dan bekerja secara sistemik yaitu pada saat bahan kimia tersebut masuk dan di translokasikan keseluruh tubuh tumbuhan (Triharso, 2004).

Pemakaian herbisida melalui penyemprotan, dapat menimbulkan banyak kerugian pada pemakaian, antara lain bila digunakan pada musim hujan herbisida ini mudah larut dalam air sehingga berdampak negatif terhadap lingkungan. Disamping itu pemberian melalui semprot tidak langsung pada akar sehingga kurang efektif, tidak meratakan penyebaran herbisida, serta memiliki waktu paruh yang pendek. Senyawa ini juga bersifat onkogenik yang dapat mengakibatkan inflamasi pada hati, ginjal dan katarak (Garabrant *et al.*, 2002).

Bila sediaan herbisida dalam bentuk penyemprotan terus dikembangkan maka akan memunculkan masalah besar. Oleh karena itu, dikembangkanlah suatu metode untuk memproduksi herbisida ini yakni pelepasan bahan aktif terkontrol, yang dibuat dalam bentuk mikroenkapsulasi, menggunakan biopolimer polikaprolakton sebagai penyalut 2,4-diklorofenoksi asetat menciptakan matriks lepas lambat. Penelitian ini merupakan aplikasi teori dasar ilmu farmasi khususnya teknologi farmasi dalam bidang pertanian, yaitu penyediaan herbisida, pertisida dan pupuk (fertilizer) (Triharso, 2004).

### METODE PENELITIAN

#### Alat dan Bahan

Pengaduk *homogenizer* Heidolph RZR 2000<sup>®</sup>, Spektrofotometer UV-Vis Shimadzu UV-1700 pharmaspec<sup>®</sup>, timbangan analitik Adam88<sup>®</sup>, alat untuk disolusi Hanson Research SR8 plus<sup>®</sup>, spektrofotometer IR Jasco<sup>®</sup>, beaker glass, vial, pipet volume, corong, kertas saring, kertas perkamen, pipet gondok, balon hisap, labu ukur, wadah untuk menyimpan mikrokapsul yang sudah jadi, alat untuk mengukur distribusi ukuran partikel mikroskop okuler, mikroskop dengan

optilab, alat untuk Scanning Electron Microscope (SEM) Jeol® (Japan). Polikaprolakton (Aldrich chem.co®), asam 2,4-diklorofenoksi asetat, hidroksi propil metil selulosa (HPMC4000) (Aldrich Chem.co®), aquades, kloroform.

## Prosedur Penelitian

### Pemeriksaan bahan baku

Pemeriksaan bahan aktif Asam 2,4-Diklorofenoksi Asetat, meliputi pemeriksaan bentuk dan kelarutan. Pemeriksaan bahan baku biopolimer Polikaprolakton dengan identifikasi melalui spektrofotometer IR, dan kelarutan. Pemeriksaan bahan baku HPMC 4000. Pemeriksaan dilakukan menurut persyaratan yang tertera dalam *United States Pharmacopoeia XXIV* dan *Handbook of Pharmaceutical Excipients* yang meliputi pemerian dan kelarutan.

### 1. Pembuatan mikrokapsul herbisida Asam 2,4-Diklorofenoksi Asetat

**Tabel 1.** Formulasi Mikrokapsul Asam 2,4-Diklorofenoksi Asetat

| <b>Bahan</b>                        | <b>Formula</b>            |           |           |           |
|-------------------------------------|---------------------------|-----------|-----------|-----------|
|                                     | <b>Mikrokapsul kosong</b> | <b>F1</b> | <b>F2</b> | <b>F3</b> |
| Asam 2,4-Diklorofenoksi Asetat (mg) | 0                         | 500       | 500       | 500       |
| Polikaprolakton (mg)                | 250                       | 250       | 500       | 100<br>0  |
| HPMC 4000 (mg)                      | 350                       | 350       | 350       | 350       |
| Kloroform (mL)                      | 10                        | 10        | 10        | 10        |
| Akuades (mL)                        | 100                       | 100       | 100       | 100       |

### Cara pembuatan mikrokapsul

Sebanyak 250 mg polikaprolakton dilarutkan dalam 10 mL kloroform, diaduk sampai larut di dalam erlenmeyer. Lalu masukkan sebanyak 500 mg 2,4-D. Sebanyak 350 mg HPMC 4000 dimasukkan ke dalam beker glass yang telah berisi 100 ml aquades aduk menggunakan propeller. Kemudian masukkan larutan polikaprolakton dan 2,4-D dalam kloroform tersebut setetes demi setetes menggunakan pipet tetes sampai habis aduk dengan propeller selama 5 jam dengan kecepatan 700 rpm sampai kloroform menguap. Kemudian mikrokapsul yang terbentuk dikumpulkan dengan penyaringan pada kertas saring, lalu dikeringkan dalam lemari pengeringan.

### 2. Evaluasi mikrokapsul herbisida asam 2,4-diklorofenoksi asetat

#### a. Morfologi mikrokapsul

Bentuk fisik mikrokapsul dilihat dibawah fotomikroskop dengan cara pemotretan pada pembesaran 40 kali.

#### b. Distribusi ukuran partikel

Distribusi ukuran partikel mikrokapsul yang telah dihasilkan ditentukan dengan menggunakan mikroskop yang dilengkapi dengan mikrometer yang telah dikalibrasi, dengan menggunakan mikrometer pentas. Mikrokapsul disuspensikan dalam air suling, kemudian diteteskan pada objek glass dan diamati dibawah mikroskop sebanyak 300 partikel (Martin *et al.*, 1999). Partikel dikelompokkan pada ukuran tertentu dan ditentukan distribusi ukuran partikelnya.

#### c. Penentuan panjang gelombang maksimum herbisida 2,4-Diklorofenoksi Asetat

Dilakukan dengan membuat larutan 10 mg dalam 100 ml airsuling dalam labu ukur. 10 µg/mL aquades dan ditentukan  $\lambda_{max}$

pada rentang 200-400 nm menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

#### d. Uji pelepasan zat aktif

Buat kurva kalibrasi dengan konsentrasi 3, 6, 9, 12, 15 µg/mL kemudian tentukan serapan maksimumnya. Uji Pelepasan zat aktif dilakukan menggunakan disolusi.Wadah disolusi diisi medium disolusi berupa air suling, sebanyak 500 mL, lalu diatur pada temperatur 30 °C, sejumlah mikrokapsul yang setara dengan 100 mg 2,4-D dimasukkan dalam medium disolusi, dengan kecepatan pengadukan 100 rpm. Lakukan pemipetan sebanyak 5ml pada selang waktu, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, dan 8 jam. Setiap pengambilan 5mL ditambahkan lagi 5 mL air pengganti. Pengukuran absorban dilakukan dengan spektrofotometer UV-Vis, masing-masing formula dilakukan pengulangan sebanyak 2 kali.

#### e. Penentuan loading zat aktif, efisiensi enkapsulasi dan hasil mikrokapsul

$$\% \text{ loading} = \frac{\text{beratzataktif 2,4-D}}{\text{beratmikrokapsul}} \times 100 \%$$

Efisiensi

$$\text{enkapsulasi} = \frac{\text{jumlah obat sebenarnya}}{\text{jumlah zataktif secara teoritis}} \times 100\%$$

Hasil persentase mikrokapsul untuk setiap formula dan dihitung menggunakan persamaan berikut:

$$\% \text{ yield} = \frac{\text{beratmikrokapsulyangdiperoleh}}{\text{totalberatzataktif-polimeryangdiharapkan}} \times 100\%$$

#### f. Penetapan kadar 2,4 diklorofenoksi asetat dalam mikrokapsul

Mikrokapsul ditimbang sebanyak 10 mg, kemudian digerus halus dalam lumpang dan dilarutkan dalam kloroform 10 mL lalu tambahkan air suling sampai 10 mL. Pisahkan dengan corong pisah. Kadar ditentukan dengan spektrofotometer UV-

Vis pada panjang gelombang maksimum 229,2 nm.

#### g. Penentuan daerah sidik jari zat aktif 2,4-D menggunakan spektrofotometer Infra Red

Zat aktif 2,4-Diklorofenoksi Asetat sebanyak 1-2 mg ditambahkan bubuk KBr murni (200 mg) diaduk rata, campuran ditempatkan pada cetakanlalu ditekan, dengan menggunakan alat tekanan mekanik, tekanan dipertahankan beberapa menit, kemudian sampel (pellet KBr) yang terbentuk diambil dan diletakkan pada alat spektrofotometer IR kemudian di analisa.Zat aktif sebanyak 10 mg lebih ditempatkan pada sebuah plate, kemudian di ukur.

#### h. Pengamatan dengan Scanning Electron Microscope (SEM)

Penyiapan sampel untuk uji SEM.Sebanyak 10 mg mikrokapsul ditimbang, bersihkan sampel. Keringkan sampel dengan vakum kalau mungkin sampel harus bebas dari H<sub>2</sub>O. Tempatkan sampel pada sampel holder sputter dengan Au atau Pt. Sputter (pelapisan) dilakukan untuk sampel yang tidak bersifat konduktif. Lakukan pengukuran, Ukuran sampel holder 12mm atau 25mm. Untuk menempelkan sampel diperlukan *double-sided tape* konduktif. Area yang dipelajari letakkan pada 45 derajat. Kontak area yang luas akan menguntungkan.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Hasil Penelitian

#### Pemeriksaan bahan baku

Pemeriksaan bahan baku 2,4-Diklorofenoksi Asetat dilakukan sesuai persyaratan USEPA (United States Environmental Protection Agency) (Edwards, 2005).

**Tabel 2.** Pemeriksaan Bahan Baku 2.4 Diklorofenoksi Asetat

| No. | Pemeriksaan                                                     | Persyaratan                         | Pengamatan                                   |
|-----|-----------------------------------------------------------------|-------------------------------------|----------------------------------------------|
| 1   | Pemerian<br>- Bentuk<br>- Warna<br>- Bau                        | Serbuk<br>Putih<br>Bau tidak enak   | Serbuk<br>Putih kekuningan<br>Bau tidak enak |
| 2   | Kelarutan<br>- Dalam air<br>- Dalam etanol<br>- Dalam kloroform | Sukar larut<br>Sukar larut<br>Larut | Sukar larut<br>Sukar larut<br>Larut          |

Pemeriksaan PCL memenuhi persyaratan dan dapat dilihat pada Tabel 3 ((Elzubair *et al.*, 2006)

**Tabel 3.** Pemeriksaan Polikaprolakton

| Pemeriksaan                                 | Persyaratan                     | Pengamatan                         |
|---------------------------------------------|---------------------------------|------------------------------------|
| 1. Pemerian<br>- Bentuk<br>- Warna<br>- Bau | Pellet<br>Putih<br>Tidak berbau | Pellet<br>Putih<br>Tidak berbau    |
| 2. Kelarutan<br>- Air<br>- Kloroform        | Tidak larut<br>Mudah larut      | Praktis tidak larut<br>Mudah larut |

Pemeriksaan bahan baku HPMC 4000 dilakukan sesuai dengan yang tertera pada *Handbook of Pharmaceutical Excipient* edisi 2

**Tabel 4.** Hasil Pemeriksaan Bahan Baku HPMC (Oktavia, 2011)

| Pemeriksaan       | Persyaratan<br>( <i>Handbook of Pharmaceutical Excipientas</i> ) | Pengamatan                       |
|-------------------|------------------------------------------------------------------|----------------------------------|
| 1. Pemerian       |                                                                  |                                  |
| - Bentuk          | Serbuk                                                           | Serbuk                           |
| - Warna           | Putih sampai krem                                                | Putih krem                       |
| - Bau             | Tidak berbau                                                     | Tidak berbau                     |
| 2. Kelarutan      |                                                                  |                                  |
| - Dalam air       | Larut dalam air membentuk massa yang lengket                     | Larut dalam air membentuk koloid |
| - Dalam etanol    | Praktis tidak larut                                              | Praktis tidak larut              |
| - Dalam kloroform | Praktis tidak larut                                              | Praktis tidak larut              |

### Evaluasi Mikrokapsul

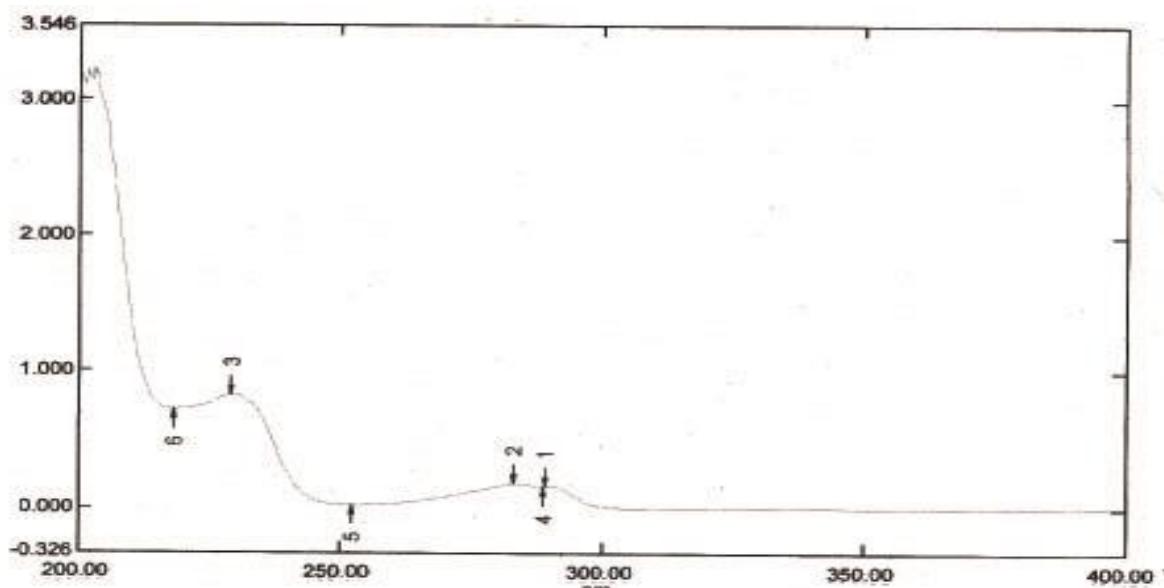
- Hasil analisa spektroskopi Fouier Transform Inframerah dapat dilihat pada Gambar 4, 5, 6,7.
- Hasil pemeriksaan fotomikroskopik serbuk 2,4-D dapat dilihat pada Gambar 8.
- Hasil pemeriksaan fotomikroskopik mikrokapsul 2,4-D dari setiap formula dapat dilihat pada Gambar 9, 10 dan 11.
- Hasil pemeriksaan Scanning Electrone Microscope (SEM) mikrokapsul kosong dapat dilihat pada Gambar 12.

e. Hasil pemeriksaan SEM mikrokapsul 2,4-D dapat dilihat pada Gambar 13, 14, dan 15.

f. Hasil pemeriksaan penetapan kandungan 2,4-D dalam mikrokapsul dapat dilihat pada Tabel 7.

### Penetapan panjang gelombang serapan maksimum dan pembuatan kurva kalibrasi 2,4-D

- Penentuan panjang gelombang maksimum dalam aquades adalah 229,2 nm. Gambar 10

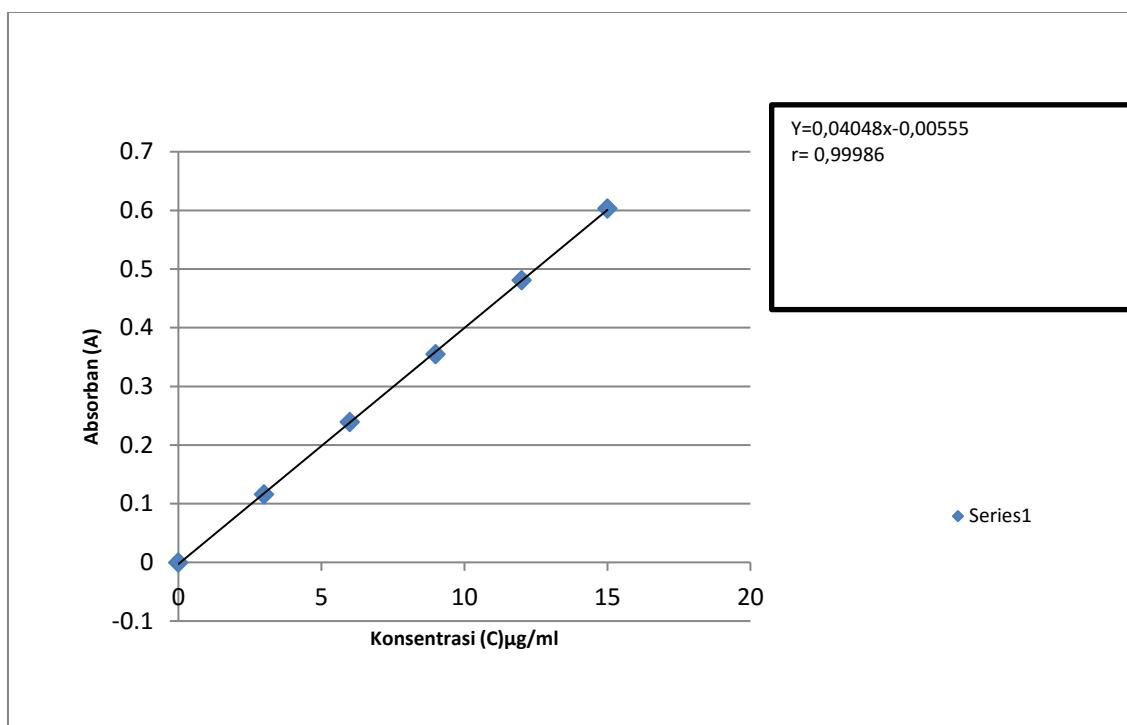


**Gambar 1.** Grafik Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

- Pembuatan kurva kalibrasi dengan persamaan  $y = 0,04048x - 0,00555$ .

Tabel 5. Data Serapan Larutan Standar 2,4-Diklorofenoksi Asetat dalam Aquades

| Konsentrasi $\mu\text{g/mL}$ | Absorban (A) |
|------------------------------|--------------|
| 0                            | 0,000        |
| 3                            | 0,116        |
| 6                            | 0,239        |
| 9                            | 0,355        |
| 12                           | 0,481        |
| 15                           | 0,603        |

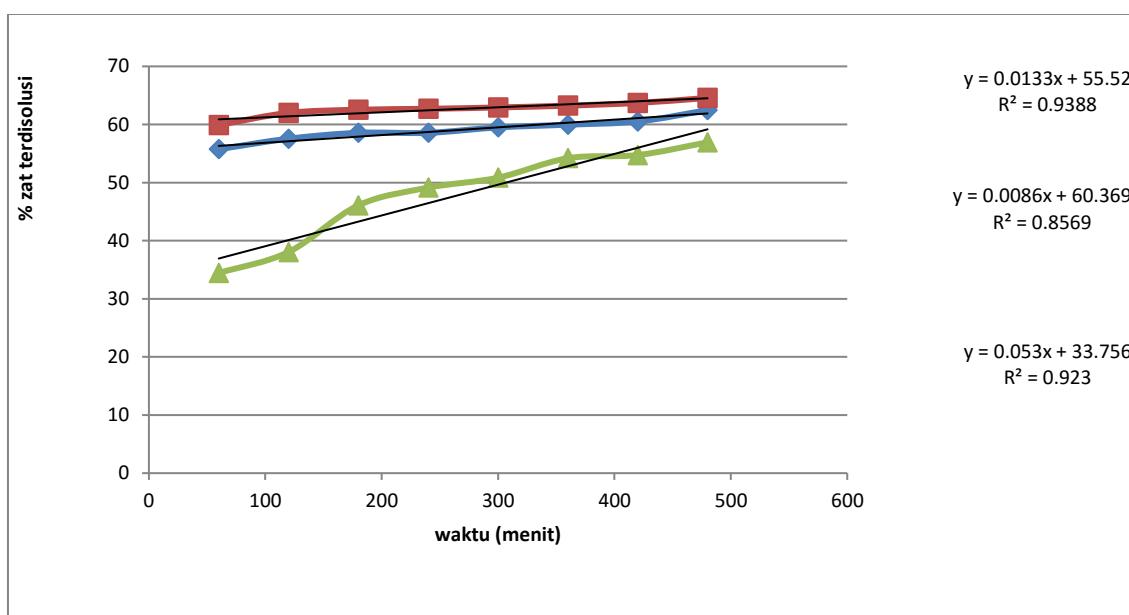
**Gambar 2.** Kurva kalibrasi 2,4-Diklorofenoksi Asetat dalam aquades**Disolusi mikrokapsul 2,4-D**

Hasil uji disolusi mikrokapsul 2,4-D dalam medium akuades 500 ml memperlihatkan

terjadinya perlambatan pelepasan zat aktif dari mikrokapsulnya.

Tabel 6. Hasil Persen Terdisolusi Mikrokapsul 2,4-Diklorofenoksi Asetat dalam Aquades.

| Waktu (Menit) | F1 (%)   | F2 (%)   | F3 (%)   |
|---------------|----------|----------|----------|
| 60            | 55,74512 | 59,91385 | 34,4383  |
| 120           | 57,5501  | 61,99443 | 38,05745 |
| 180           | 58,56372 | 62,54022 | 46,08842 |
| 240           | 58,56372 | 62,69616 | 49,12928 |
| 300           | 59,49937 | 62,93007 | 50,84463 |
| 360           | 59,96719 | 63,24196 | 54,19737 |
| 420           | 60,51298 | 63,70978 | 54,74316 |
| 480           | 62,46225 | 64,56746 | 56,92634 |



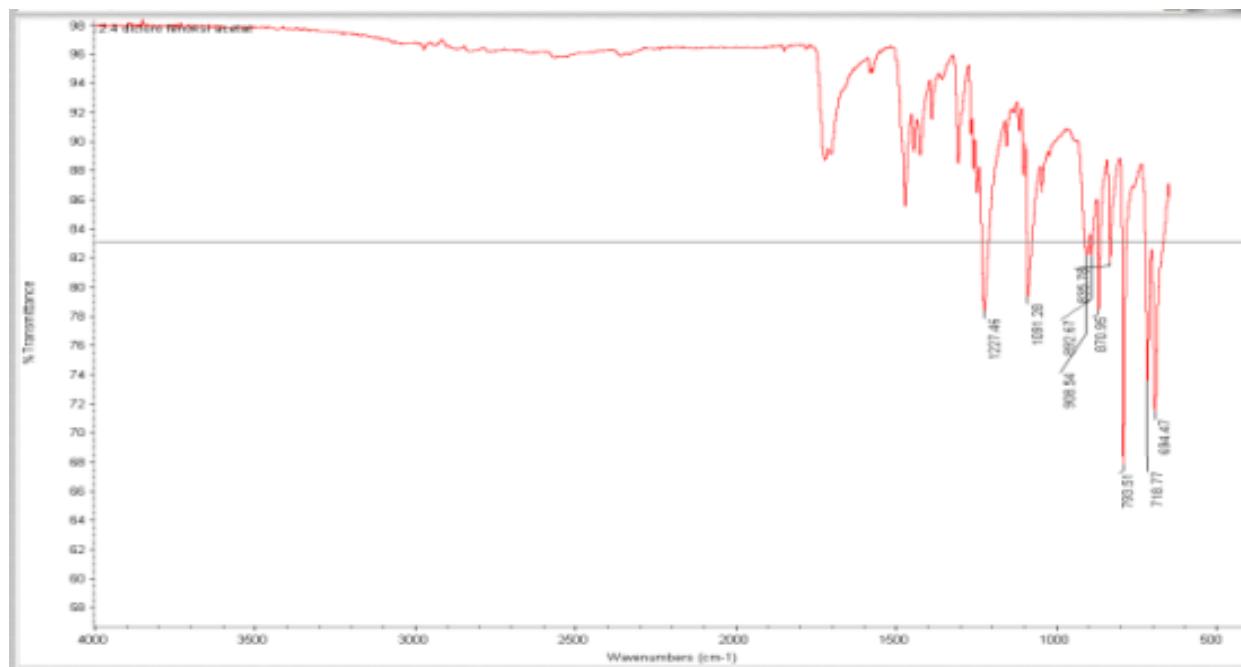
**Gambar 3.** Kurva Hasil Persen Terdisolusi Mikrokapsul 2,4-Diklorofenoksi Asetat dalam Aquades.

Dari hasil uji disolusi (Tabel 6) terlihat bahwa jumlah polimer yang digunakan mempengaruhi jumlah zat aktif yang dilepaskan. Pada persamaan orde nol terlihat bahwa formula 1 memiliki regresi 0.968, formula-2 dengan regresi 0.925. dan formula3 dengan regresi 0.960. terlihat bahwa formula-1 mengikuti kinetika orde 0 karena persamaan 1 mendekati nilai 1. Pada persamaan orde 1 terlihat bahwa formula 1 regresinya 0.9685, formula-2 0.9129, formula 3 0.9428. Metoda Korsemeyer Peppas terlihat regresi yang mendekati 1 adalah formula-3 dengan regresi 0.987. untuk metode Langen Bucher terlihat bahwa formula-3 juga memiliki nilai regresi mendekati 1, yakni 0.9878 pada persamaan Higuchi terlihat formula-3 memiliki nilai regresi yang mendekati 1(Banakar, 1991).

#### Analisa Fourier Transform InfraRed (FTIR)

Uji analisa spektrofotometri terhadap zat aktif, penyalut yang digunakan serta mikrokapsul yang terbentuk. Dari analisis spectrum FTIR 2,4-D pada menunjukkan bahwa pada bilangan gelombang 1227,46 ,

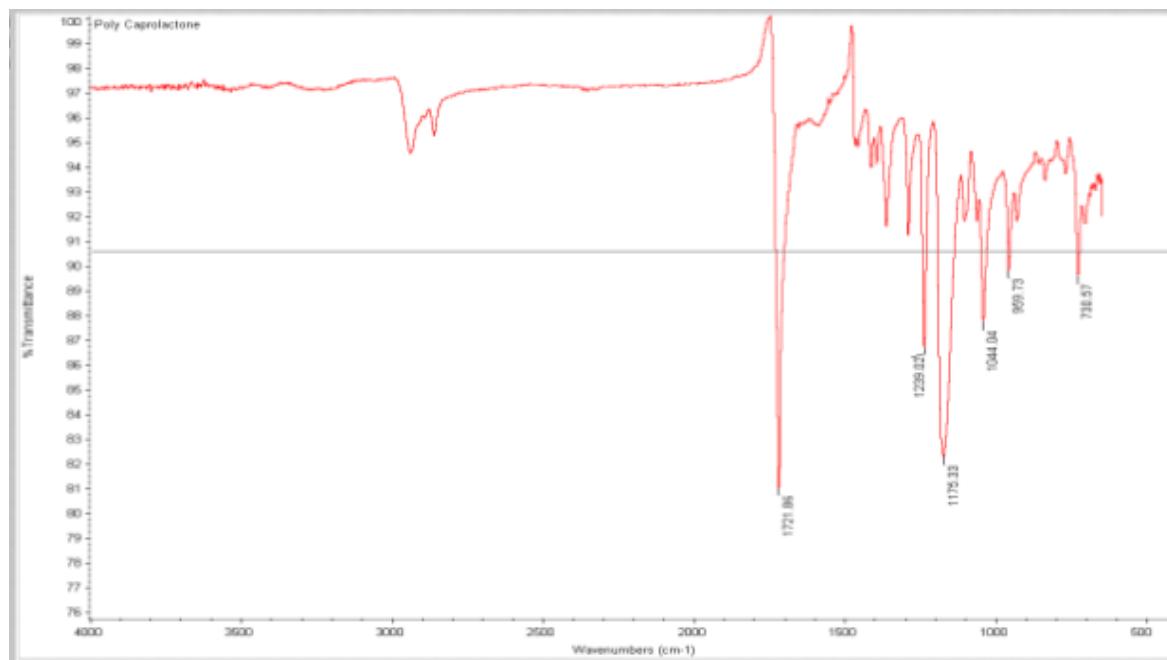
dan 1091,28 merupakan gugus C-O sesuai dengan literatur, bahwa pada bilangan gelombang 1300-1000 cm<sup>-1</sup> merupakan gugus C=O. Pada 892,67 dan 908,54 merupakan senyawa aromatik, sesuai dengan literature bahwa pada bilangan gelombang 900-690 merupakan gugus senyawa aromatic (Day *et al*, 2002). Namun gugus OH yang seharusnya terdapat pada 2,4-Diklorofenoksi Asetat tidak terbaca, hal ini mungkin disebabkan karena zat tersebut sudah terhidrolisis karena lamanya penyimpanan dan wadah penyimpanan juga tidak dalam keadaan baik.



**Gambar 4.** Hasil Fourier Transform Infrared (FTIR) Asam 2,4-D

Analisa FTIR policaprolakton murni pada Gambar 5.Pada bilangan gelombang 1721,86 cm<sup>-1</sup> merupakan gugus asam karboksilat sesuai dengan literatur, pada 199-1650 cm<sup>-1</sup> merupakan gugus

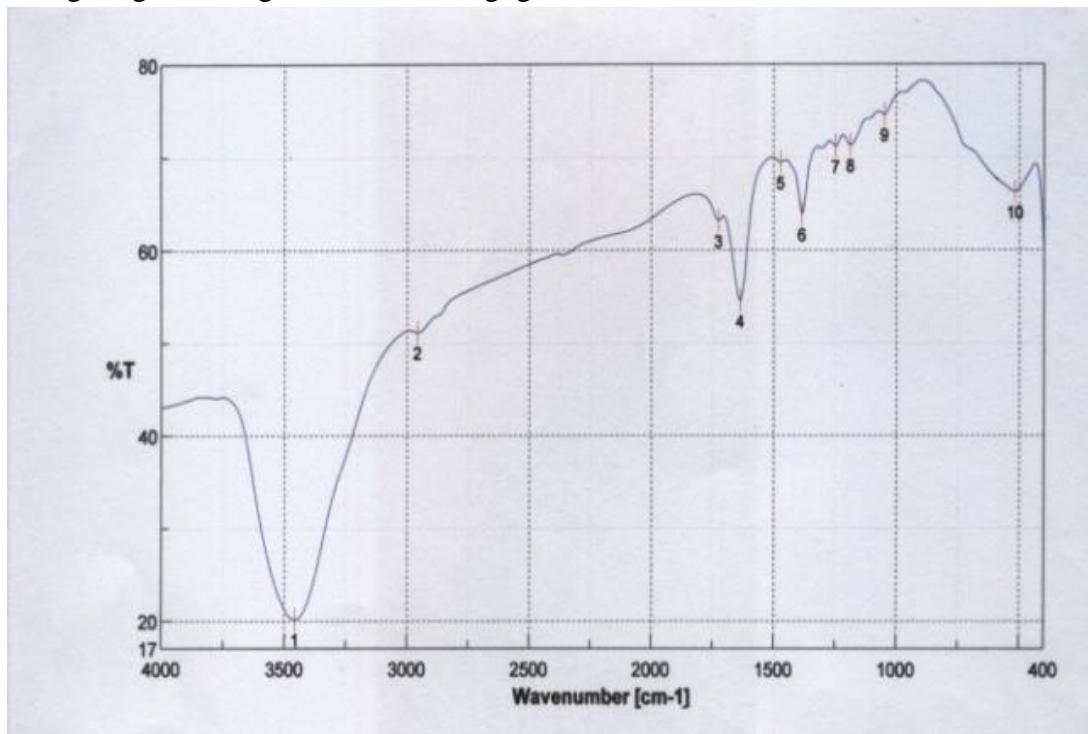
karboksilat, pada 1239,02-1175, 38 cm<sup>-1</sup> merupakan C=O dari ester/lakton. Sesuai dengan literatur bahwa pada bilangan gelombang 1300-1000 cm<sup>-1</sup> merupakan gugus untuk ester (Day *et al.*, 2002).



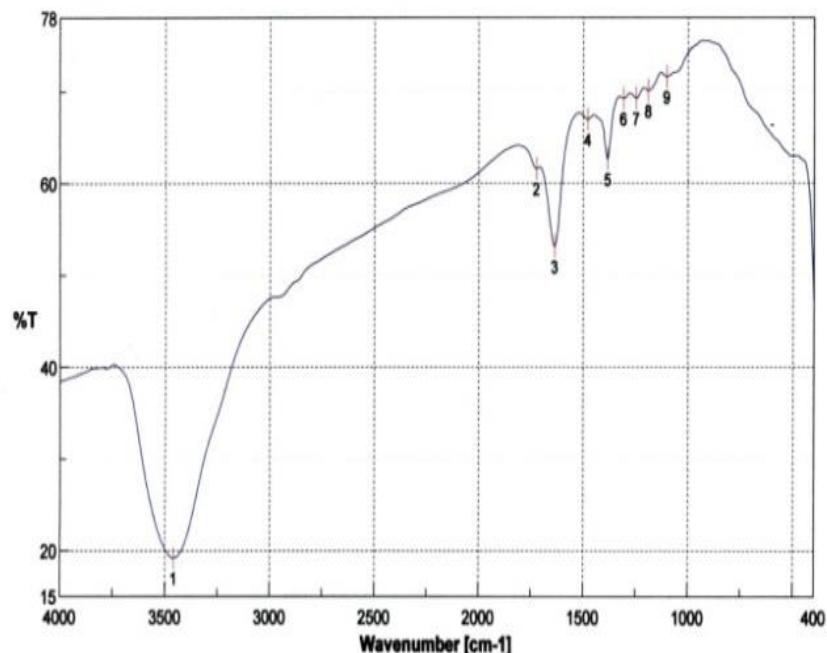
**Gambar 5.** Hasil FTIR Policaprolakton

Hasil analisa FTIR mikrokapsul kosong Polycaprolakton terdapat pada Gambar 6 yakni gugus OH pada bilangan gelombang  $3456,78\text{ cm}^{-1}$ , C=C pada bilangan gelombang  $2957,3\text{ cm}^{-1}$ , gugus

C=O pada bilangan gelombang  $1725,01\text{ cm}^{-1}$ , C=C pada bilangan gelombang  $1638,3\text{ cm}^{-1}$ , C-H pada bilangan gelombang  $1471,42\text{ cm}^{-1}$ .



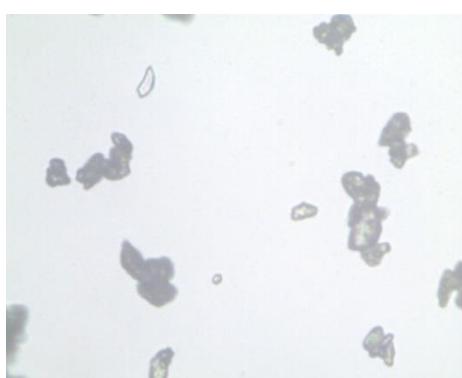
**Gambar 6.** Hasil FTIR Mikrokapsul Kosong Polikaprolakton



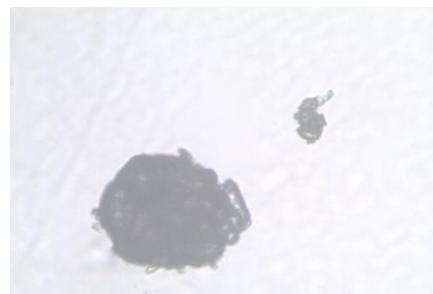
**Gambar 7.** Hasil FTIR Mikrokapsul 2,4-D dengan Polikaprolakton

Hasil analisa mikrokapsul 2,4-D, gugus OH pada bilangan gelombang  $3458,71\text{ cm}^{-1}$ , C=O pada bilangan gelombang  $1723,09\text{ cm}^{-1}$ (Gambar 7).

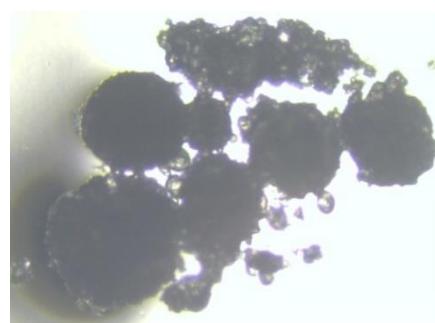
Mikrokapsul 2,4-D dibuat dengan menggunakan 3 formula dan satu mikrokapsul tanpa zat aktif. Dengan perbandingan 2:1, 1:1, 1:2. Metoda yang digunakan untuk pembuatan mikrokapsul adalah metoda emulsifikasi penguapan pelarut. Metoda ini dipilih karena efisien dan mudah untuk dikerjakan. Polikaprolakton mudah larut dalam pelarut menguap seperti kloroform. Kegunaan dari masing-masing zat dalam formula mikrokapsul 2,4-D yaitu kloroform digunakan sebagai media untuk melarutkan polimer dan air sebagai fase pendispersi, HPMC dalam formula digunakan sebagai emulgator yang membantu menstabilkan emulsiyang terbentuk sehingga berguna untuk membantu proses mikroenkapsulasi (Goeswin, 2010). Dari evaluasi mikrokapsul dengan menggunakan fotomikroskop terlihat mikrokapsul yang dihasilkan berbentuk speris dengan ukuran bervariasi tergantung pada perbandigan penyalut yang digunakan. Semakin banyak penyalut yang digunakan, maka semakin tebal mikrokapsul yang dihasilkan yang menyelubungi zat aktif



**Gambar 8.** Mikroskopis Zat Aktif 2,4-Diklorofenoksi Asetat



**Gambar 9.** Mikroskopis Mikrokapsul 2,4-Diklorofenoksi Asetat Formula-1 Pembesaran 40x



**Gambar 10.** Mikroskopis Mikrokapsul 2,4-Diklorofenoksi Asetat Formula-2 Perbesaran 40x

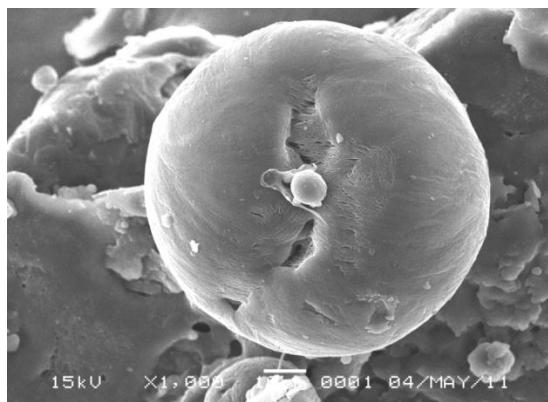


**Gambar 11.** Mikroskopis Mikrokapsul 2,4-Diklorofenoksi Asetat Formula-3 Perbesaran 10x

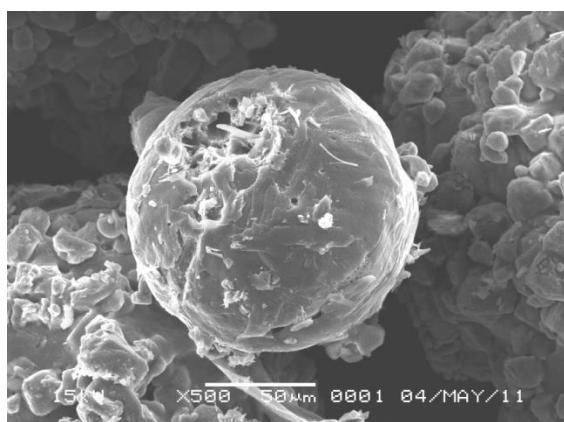
#### Scanning Electron Microscope (SEM)

Dari gambar tersebut terlihat adanya pori-pori permukaan mikrokapsul. Jika mikrokapsul tanpa zat aktif dibandingkan dengan mikrokapsul 2,4-D akan terlihat bahwa pada mikrokapsul kosong tampak

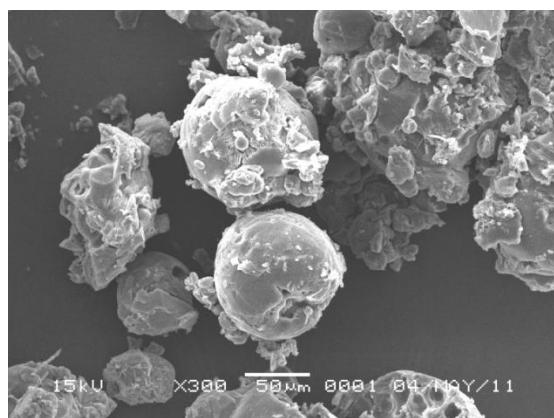
lebih kompak dibanding dengan mikrokapsul 2,4-D yang terlihat banyak serat dan retakan-retakan. Hal ini terjadi karena interaksi zat aktif dengan polimer mempengaruhi bentuk mikrokapsul yang dihasilkan. Permukaan mikrokapsul kosong terlihat rata sementara permukaan mikrokapsul 2,4-D tampak tidak rata. Ketidakrataan mikrokapsul kemungkinan terjadi karena zat aktif yang tersalut pada permukaan mikrokapsul. Keadaan ini memicu terjadinya *burst effect* dimana zat aktif berada pada permukaan mikrokapsul sehingga pelepasan terjadi lebih cepat sehingga persamaan reaksi mengikuti persamaan orde nol (Benita, 2006).



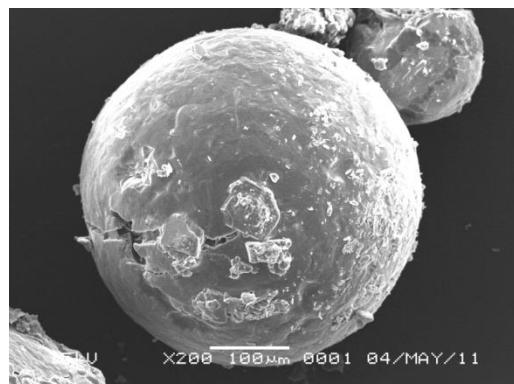
**Gambar 12.** Hasil SEM Dari Mikrokapsul Kosong Polikaprolakton dengan Perbesaran 1000 Kali



**Gambar 13.** Hasil SEM Dari Mikrokapsul 2,4-Diklorofenoksi Asetat Formula-1 Perbesaran 500kali



**Gambar 14.** Hasil SEM Mikrokapsul 2,4-Diklorofenaksi Asetat Formula-2 Perbesaran 300 Kali



**Gambar 15.** Hasil SEM Mikrokapsul 2,4-Diklorofenoksi Asetat Formula-3 Dengan Perbesaran 200x

Dari hasil penimbangan berat mikrokapsul, tanpa zat aktif, dengan polimer 250 mg, diperoleh mikrokapsul 188,3 mg dan persentase perolehan kembali sebesar 75,32 %. Untuk formula-1. dengan zat aktif 500 mg dan polikaprolakton 250 mg didapat mikrokapsul sebanyak 500 mg sehingga persentase perolehan kembali 66,7%, sedangkan perolehan kembali zat aktif adalah sebanyak 84,175%. Untuk Formula-2, mikrokapsul dengan formula 500 mg 2,4-D, polimer 500 mg, diperoleh mikrokapsul 791,9 mg dengan perolehan kembali mikrokapsul 79,19%, dan perolehan kembali zat aktif adalah 86,8%. Untuk formula-3 dengan zat aktif 2,4-D 500 mg, polimer polikaprolakton adalah

1000 mg, mikrokapsul sebanyak 1331 mg dengan persentase perolehan kembali sebanyak 88.73% dan perolehan kembali zat aktif adalah 78,72%. Perolehan kembali mikrokapsul tidak mencapai 100% hal ini terjadi pada proses pembuatan mikrokapsul terdapat bahan-bahan yang masih menempel pada alat. Dari perolehan kembali zat aktif terlihat formula-2

memiliki nilai yang tertinggi dengan perbandingan 1:1 yang berarti jika perbandingan zat aktif dan mikrokapsul dalam keadaan sama, maka perolehan kembali zat aktif akan semakin tinggi. Dan terendah adalah formula-3 dimana terlihat semakin tebal penyalut, semakin rendah zat aktif yang dikandungnya

**Tabel 7.** Hasil Penetapan Kadar Zat Aktif dalam Mikrokapsul dan % Kadar 2,4 Diklorofenoksi Asetat dalam Mikrokapsul

| Mikrokapsul | Berat Mikrokapsul yang Dihasilkan (mg) | Perolehan Kembali Mikrokapsul (%) | Perolehan Kembali Zat Aktif (%) |
|-------------|----------------------------------------|-----------------------------------|---------------------------------|
| F0          | 188.3                                  | 75.32                             |                                 |
| F1          | 500                                    | 66.7                              | 84.175                          |
| F2          | 791.9                                  | 79.19                             | 86.5                            |
| F3          | 1334                                   | 88.73                             | 78.72                           |

Keterangan :

F0 = Polikaprolakton 250 mg

F1 = Polikaprolakton 250 mg, 2,4-D 500 mg

F2 = Polikaprolakton 500 mg, 2,4-D 500 mg

F3 = Polikaprolakton 1000 mg, 2,4-D 500 mg

### Distribusi ukuran partikel

Dari distribusi ukuran partikel terlihat mikrokapsul yang terbentuk memiliki berbagai ukuran. Dari hasil pengamatan didapatkan formula yang memiliki keseragaman tertinggi adalah Formula 2 sebanyak 83,33% dengan rentang ukuran 0-66,665  $\mu\text{m}$  Formula 1 73% pada rentang ukuran yang sama, dan formula 3 pada skala yang lebih besar yakni pada 79,998 –

133,33  $\mu\text{m}$  sebanyak 52%. Hal ini menunjukkan semakin banyak polimer, maka semakin besar frekuensi ukuran partikel yang didapat. Rentang yang didapat sesuai dengan literatur bahwa untuk metoda penguapan pelarut dengan bahan inti berbentuk padat, maka diameternya berkisar pada 5-5000  $\mu\text{m}$  (Lachman *et al.*, 1994).

**Tabel 8.** Hasil Distribusi Ukuran Partikel

| Rentang Ukuran ( $\mu\text{m}$ ) | Diameter Rata-Rata | Frekuensi Distribusi Ukuran Partikel (%) |           |           |           |
|----------------------------------|--------------------|------------------------------------------|-----------|-----------|-----------|
|                                  |                    | Formula 0                                | Formula 1 | Formula 2 | Formula 3 |
| 0 - 66.665                       | 33.33              | 70.67                                    | 73        | 83.33     | 1         |
| 79.998 - 133.33                  | 106.66             | 20.34                                    | 22.33     | 13.33     | 52.67     |
| 146.663 - 199.995                | 173.33             | 3.67                                     | 3.67      | 3         | 27        |
| 213.328 - 266.66                 | 239.99             | 1.33                                     | 0.67      | 0.33      | 12        |
| 279.993 - 333.325                | 306.66             | 1                                        | 0.33      | 0.33      | 4         |
| 346.658 - 399.99                 | 373.32             | 1.33                                     | 0         | 0         | 3.67      |

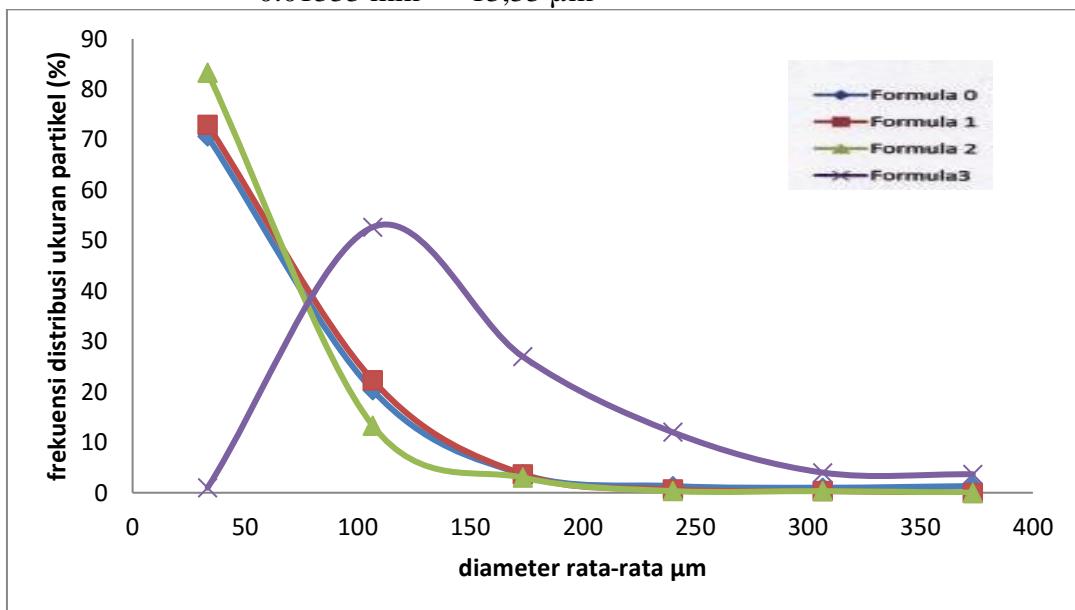
Keterangan :

Kalibrasi :

3 skala okuler = 4 skala pentas

1 skala pentas = 0.01 mm

$$\begin{aligned} 1 \text{ skala okuler} &= \frac{4 \times 0.01 \text{ mm}}{3} \\ &= 0.01333 \text{ mm} = 13,33 \mu\text{m} \end{aligned}$$

**Gambar 16.** Kurva Distribusi Ukuran Partikel

## KESIMPULAN

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

1. Polikaprolakton yang digunakan sebagai polimer penyalut zat aktif 2,4-Diklorofenoksi Asetat berpengaruh terhadap pelepasan zat aktif 2,4-Diklorofenoksi Asetat sehingga dapat digunakan sebagai penyalut zat aktif.

2. Hasil pemeriksaan menunjukkan bahwa perolehan kembali formula-2 mengandung 86,5% lebih tinggi dari formula-1 84,175% dan formula-3 78,2%.

3. Model kinetika pelepasan zat aktif dari mikrokapsul dengan koefisien korelasi mendekati satu mengikuti kinetika orde nol adalah F1.

## DAFTAR PUSTAKA

- Banakar, U.V., 1991, *Pharmaceutical Dissolution Testing*, Marcel Dekker Inc, New York.
- Benita, S., 2006, *Microencapsulation Methods and Industrial Application* (Edisi 2), New York: Marcel Dekker Inc.
- Day, R.A., Underwood, A.L., Hillarius, W.H., Simarmata, L., 2002, *Analisis Kimia Kuantitatif* (Edisi 6), Alih bahasa oleh Sopyan, Erlangga, Jakarta.
- Elzubair, A., Elias, C. N., Suarez J. C. M., Lopes, H.P., Vieira, M.V.B., 2006, The Physical Characterization of a Ther Moplastics Polymer for Endodontic Obturation. *Journal of Dentistry*, 34, 784-789.
- Edwards,D., 2005, *Reregistration Eligibility Decision for 2,4-D List aCase 0073*, United States Environmental Protection Agency.
- Garabrant, D.H., Philbert, M.A., 2002, Review of 2,4-Dichlorophenoxyacetic Acid (2,4-D) Epidemiology and Toxicology, *Critical Reviews in Toxicology*, 32 (4), 233-257.
- Goewin,A., 2010, *Enkapsulasi Farmasetik*. Bandung: penerbit ITB.
- Lachman, L., Lieberman, H., Kanig, J.L., 2008, *Teori dan praktik Farmasi Industri II* (Edisi 3), Terjemahan Siti Suyatmi, Jakarta: UI Press.
- Martin, A., Swarbrick, J., Cammarata, A., 1993, *Farmasi Fisik, Dasar-Dasar Kimia Fisik Dalam Ilmu Farmasetik* (Edisi 3). Terjemahan Yoshita, Jakarta: UI Press.
- Oktavia, S., 2011, Penggunaan Poli (3-Hidroksi Butirat Sebagai Penyalut dalam Formulasi Mikrokapsul Etinil Estradiol, Skripsi, Padang: Universitas Andalas.
- Sudarmo, S., 1991, *Pestisida Yogyakarta : Penerbit Kanisius.*
- Triharso, 2004, *Dasar-dasar Perlindungan Tanaman*, Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.

