

**PENETAPAN KADAR TABLET RANITIDIN MENGGUNAKAN METODE
SPEKTROFOTOMETRI UV-Vis DENGAN PELARUT METANOL**

Wiranti Sri Rahayu, Pri Iswati Utami, Sochib Ibnu Fajar

*Fakultas Farmasi Universitas Muhammadiyah Purwokerto Jl Raya Dukuhwalu PO BOX
202 Kembaran, Purwokerto, 53182 Telp 0281 636751*

ABSTRAK

Saat ini banyak masyarakat yang lebih memilih obat merk dibandingkan obat generik. Mereka menganggap obat merk lebih berkhasiat dibanding obat generik. Padahal obat dengan zat aktif yang sama akan memberikan efek terapi yang sama sesuai kadarnya. Untuk itu perlu dilakukan penetapan kadar antara obat generik dan merk. Metode Spektrofotometri UV-Vis dapat digunakan untuk menetapkan kadar Ranitidin dalam sediaan tablet. Metode ini didasarkan pada adanya gugus kromofor dan auksokrom pada Ranitidin yang dapat memberikan absorbansi pada panjang gelombang 326 nm menggunakan pelarut metanol. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui penetapan kadar Ranitidin dalam sediaan tablet dan uji validasinya menggunakan metode analisis Spektrofotometri UV-Vis. Hasil penelitian menunjukkan kadar rata-rata Ranitidin dari delapan sampel tablet Ranitidin yang diperoleh adalah 150,44 mg/tablet. Hasil validasi metode analisis yang dilakukan diperoleh nilai standar deviasi (SD), koefisien variasi (KV), dan ketelitian alat pada uji presisi alat masing-masing sebesar 0,07; 0,56 %; 99,44 %. Nilai % perolehan kembali (Recovery) rata-rata dan nilai kesalahan sistematik rata-rata pada uji akurasi metode adalah secara berturut-turut 108,39% dan 8,39% untuk penambahan baku 1000 ppm; 100,6% dan 0,6% untuk penambahan baku 500 ppm; 100,67% dan 0,67% untuk penambahan baku 100 ppm. Dari kurva baku diperoleh persamaan regresi linier $y = 0,045x + 0,068$ (r sebesar 0,9988). Batas deteksi dan Batas kuantitasi yang diperoleh dari penelitian ini sebesar 0,6 ppm dan 2,1 ppm. Dari uji t dihasilkan nilai signifikan 0,000 yang berarti lebih kecil dari 0,05 (5%). Dari uji ANAVA terlihat ada perbedaan antara kadar tablet Ranitidin generik dengan tablet Ranitidin merk.

Kata kunci : Ranitidin, Tablet, Metanol, Spektrofotometri UV-Vis.

ABSTRACT

Many people choose the branded drugs compared to generic drugs. They assumed that branded drugs are more effective than the generic ones. Drugs with similar therapeutic substance will have similar therapeutic effect depend on its concentration. For that reason, it's needed to determine branded drugs and generic drugs. UV-Vis spectrophotometry method can be used to determine Ranitidine in tablets. This method was based on chromophore and auxochrome in Ranitidine and its absorption at 326 nm. The aim of this research was to examine the ability of UV-Vis spectrophotometry method to determine Ranitidine in tablets and its validating methods. The result show that the

mean weight of Ranitidine tablets sample is 150.44 mg/tablets. Results of validation analysis were standard deviation (SD), coefficient variation (CV), and correctness of appliance at precision test appliance equal to 0.07; 0.56 %; 99.44% respectively. The value of mean recovery and systematic error at accuracy test method equal to 108.39 % and 8.39 % respectively at 1000 ppm standard addition, 100.6 %; and 0.6 % respectively at 500 ppm standard addition, 100.67 % and 0.67 % respectively at 100 ppm standard addition. From the standard curve linier regression equation was obtained $y = 0.045x + 0.068$ (r equal to 0.9988). Limit of detection and limit of quantization that was obtained from this research equal to 0.6 ppm and 2.1 ppm respectively. Result of ANAVA test show that there is a difference between rate of Ranitidine at branded tablets and generic tablets.

Keywords: Ranitidine, Tablets, Methanol, UV-Vis Spectrophotometry

Pendahuluan

Secara umum ada dua penggolongan obat yang dikenal dimasyarakat yaitu golongan obat generik dan obat merek. Masyarakat akan memilih obat merek walaupun harganya lebih mahal karena adanya anggapan bahwa obat merek lebih manjur dibandingkan obat generik. Tidak hanya masyarakat awam, banyak tenaga kesehatan masih ragu dengan khasiat obat generik. Padahal obat dengan bahan aktif yang sama akan memberikan efek terapi yang sama di dalam tubuh dipengaruhi oleh aspek bioavailabilitasnya (Raharjo, 2005).

Ranitidin merupakan salah satu obat yang tersedia di apotek sebagai produk generik maupun produk merek. Ranitidin merek oleh masyarakat juga sering dianggap memiliki efek terapi yang lebih berkhasiat dibanding

Ranitidin generik. Kadar obat di dalam darah akan menunjukkan banyaknya obat yang akan berikatan dengan reseptor hingga menimbulkan efek terapi (Raharjo, 2005).

Obat-obat merek sering kali dianggap lebih bermutu dibanding obat generik meskipun semua obat yang beredar di Indonesia selalu dibawah pengawasan pemerintah. Obat-obatan yang tidak memenuhi standar mutu tidak diizinkan untuk beredar. Perlu dilakukan penilaian atas mutu obat generik untuk membuktikan bahwa obat generik mempunyai kemanfaatan dan keamanan (Slamet.S.L *et.al*, 2005: 4). Oleh karena itu untuk membandingkan mutu obat generik dan obat merek perlu dilakukan penetapan kadar sehingga setelah mengetahui kadarnya masyarakat dapat memilih obat mana yang akan digunakan.

Kadar Ranitidin dalam sediaan tablet Ranitidin merek dan generik dapat menjadi perbandingan awal terhadap khasiat keduanya. Kadar suatu obat dalam bentuk sediaan akan menunjukkan banyaknya obat yang akan terabsorpsi dalam tubuh dan menimbulkan efek terapi (Raharjo, 2009). Untuk melakukan penetapan kadar obat dalam suatu sediaan dibutuhkan suatu metode yang teliti dan akurat. Sebelumnya telah dilakukan optimasi metode penetapan kadar tablet ranitidin, termasuk juga validasi metode analisisnya menggunakan metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT). Hasil pemisahannya menunjukkan peak kromatogram yang kurang bagus serta hasil uji validasi metode analisisnya masih kurang memenuhi syarat ketepatan yang baik sehingga perlu dilakukan analisis dengan metode lain untuk mendapatkan hasil yang lebih baik (Hermawan, 2007). Penetapan kadar dapat dilakukan secara analisis instrumental menggunakan metode Spektrofotometri UV-Vis.

Spektrofotometri UV-Vis adalah anggota teknik analisa spektroskopi memakai sumber radiasi elektromagnetik ultraviolet dan sinar

tampak dengan memakai instrumen spektrofotometer (Mulya, & Suharman 1995: 26). Spektrofotometri UV-Vis melibatkan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisa, sehingga dapat digunakan untuk analisa kuantitatif maupun kualitatif. Metode Spektrofotometri sebelumnya telah digunakan untuk penetapan kadar Ranitidin pada sediaan tablet yang berisi Ranitidin dan Domperidon (Charde *et al*, 2006). Pada penelitian ini akan dilakukan validasi metode tersebut pada sediaan tablet tunggal Ranitidin dengan menggunakan metanol sebagai pelarut yang diharapkan nantinya dapat digunakan untuk keperluan analisis Ranitidin dengan metode Spektrofotometri UV-Vis.

Metode Penelitian

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan adalah Spektrofotometer UV-Vis Merk Shimadzu 1601, Neraca analitik Shimadzu AY 220, alat-alat gelas, mortir dan stamper. Bahan yang digunakan: Ranitidin baku (Kimia Farma), tablet Ranitidin merek (Hexapharma, Interbat, Otto, Kalbe Farma, Dexa Medica), Tablet Ranitidin generik (Dexa Medica,

Phapros, Soho), metanol p.a (Merck®), Aquabidestilata (Otsuka).

Prosedur Penelitian

Pembuatan larutan baku Ranitidin konsentrasi 1000 dan 100 ppm

Sebanyak 50 mg Ranitidin baku dimasukkan dalam labu takar 50 ml dan dilarutkan dengan metanol sampai volumenya tepat 50 ml sehingga akan diperoleh konsentrasi 1000 µg/mL (1000,0 ppm). Dari larutan baku konsentrasi 1000,0 ppm diambil 25 ml dan diencerkan dengan metanol dalam labu takar 50 ml sampai tanda sehingga diperoleh konsentrasi 500,0 ppm. Dari konsentrasi 1000,0 ppm dipipet 5 ml dan diencerkan dalam labu takar 50 ml sampai volumenya tepat 50 ml sehingga diperoleh konsentrasi 100,0 ppm yang akan digunakan untuk pembuatan seri konsentrasi.

Penetapan panjang gelombang maksimum

Dari larutan baku Ranitidin 100,0 ppm dibuat larutan baku dengan konsentrasi 6,0 ppm dengan cara seperti pada pembuatan seri konsentrasi. Larutan baku dengan konsentrasi 6,0 ppm tersebut dikocok hingga homogen dan dimasukkan ke dalam kuvet kemudian dibaca

absorbansinya pada panjang gelombang 200-400 nm.

Penetapan *operating Time*

Dari larutan baku Ranitidin 100,0 ppm dibuat larutan baku dengan konsentrasi 6,0 ppm dengan cara seperti pada pembuatan seri konsentrasi. Larutan baku dengan konsentrasi 6,0 ppm tersebut dikocok hingga homogen dan dimasukkan ke dalam kuvet kemudian dibaca absorbansinya pada panjang gelombang maksimum sampai diperoleh absorbansi yang relatif konstan dengan rentang pembacaan setiap 2 menit sekali.

Pembuatan Kurva Baku

Larutan baku dengan seri konsentrasi 6,0; 8,0; 10,0; 12,0; 14,0 dan 16,0 ppm didiamkan selama waktu *operating time* kemudian dibaca absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Dari data hasil absorbansi, selanjutnya dihitung persamaan kurva bakunya sehingga diperoleh persamaan garis $y = bx + a$.

Ketelitian (*Precision*)

Dari larutan baku Ranitidin 100,0 ppm dibuat larutan baku dengan konsentrasi 12,0 ppm dengan cara seperti pada pembuatan seri konsentrasi. Larutan baku Ranitidin dengan konsentrasi 12,0 ppm tersebut

didiamkan selama waktu *operating time* kemudian dibaca absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Uji ketelitian ini dilakukan dengan enam kali pengulangan.

Ketepatan (*Accuracy*)

Ditimbang setara 50 mg serbuk tablet Ranitidin sampel secara duplo dan masing-masing dimasukkan ke dalam labu takar 50 ml. Pada salah satu labu takar ditambahkan 10 ml larutan baku Ranitidin dengan konsentrasi 1000,0 ppm. Kedua sampel selanjutnya mengalami perlakuan yang sama. Metanol ditambahkan hingga volumenya tepat 50 ml. Dari larutan tersebut kemudian dipipet 1 ml dan diencerkan dengan metanol hingga volumenya tepat 10 ml dengan menggunakan labu takar 10 ml. Larutan diambil 1 ml lalu diencerkan dengan metanol sampai volumenya tepat 10 ml. Kemudian dibaca absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dan *operating time*. Uji ketepatan metode dilakukan dengan penambahan larutan baku 1000,0 ppm; 500,0 ppm dan 100,0 ppm. Hasil absorbansi digunakan untuk menghitung harga perolehan kembali (*recovery*).

Penetapan Kadar Sampel

Dua puluh tablet yang telah memenuhi keseragaman bobot kemudian digerus hingga halus dan homogen. Sampel serbuk ditimbang setara dengan 50 mg Ranitidin, kemudian dilarutkan dengan metanol hingga volumenya tepat 50 ml. Dari larutan tersebut kemudian dipipet 1 ml dan diencerkan dengan metanol hingga volumenya tepat 10 ml dengan menggunakan labu takar 10 ml. Larutan diambil 1 ml lalu diencerkan dengan metanol sampai volumenya tepat 10 ml. Kemudian dibaca absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dan *operating time*. Penetapan kadar dilakukan dengan pengulangan sebanyak tiga kali dan dilakukan terhadap lima sampel tablet Ranitidin merek dan tiga sampel tablet Ranitidin generik.

Hasil dan Pembahasan

Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Panjang gelombang maksimum (λ_{maks}) merupakan panjang gelombang dimana terjadi eksitasi elektronik yang memberikan absorbansi maksimum. Alasan dilakukan pengukuran pada panjang gelombang maksimum adalah perubahan absorban untuk setiap satuan konsentrasi adalah paling besar

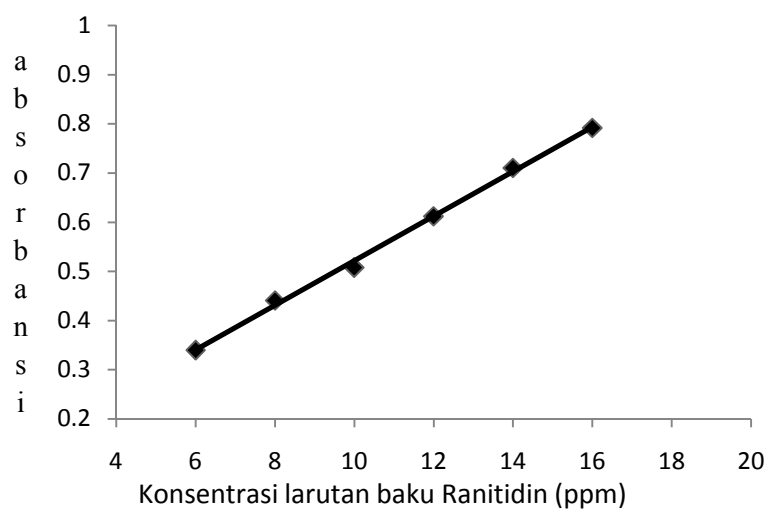
pada panjang gelombang maksimum, sehingga akan diperoleh kepekaan analisis yang maksimum. Dari hasil penelitian yang dilakukan diperoleh panjang gelombang yang diperoleh adalah 326 nm.

Penentuan *operating time*

Penentuan *operating time* bertujuan untuk mengetahui lama waktu yang dibutuhkan larutan untuk mencapai absorbansi konstan. Ditentukan dengan mengukur absorbansi dari larutan baku Ranitidin pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Dari hasil penelitian yang dilakukan diperoleh *operating time* pada menit ke-4 sampai ke-6 karena hasil absorbansinya relatif konstan.

Penentuan kurva baku

Kadar Ranitidin dihitung menggunakan persamaan tersebut dimana variabel y menyatakan absorbansi dan variabel x menyatakan kadar. Nilai r menunjukkan linearitas kurva baku tersebut. *Slope* menyatakan arah garis linier (kepekaan arah) dari kurva antara respon absorbansi terhadap konsentrasi. *Intersep* menunjukkan perpotongan kurva dengan sumbu x , artinya pada kondisi konsentrasi Ranitidin dalam pelarut metanol (x) sama dengan nol maka akan terdeteksi absorbansi sebesar nilai *intersep*.



Gambar 1. Kurva baku larutan baku Ranitidin

Uji Presisi Alat

Uji presisi alat dilakukan dengan menggunakan larutan baku Ranitidin dengan konsentrasi 12,0 ppm yang dibuat sebanyak enam kali untuk dilihat serapannya pada panjang gelombang 326 nm. Hasil serapan digunakan untuk menghitung harga serapan rata-rata, *standar deviasi* (SD), *koefisien variasi* (KV) dan ketelitian alat uji. Uji ini bertujuan untuk membuktikan LOD dan LOQ

Metode yang digunakan memberikan harga LOD sebesar 0,6 ppm artinya pada konsentrasi tersebut masih dapat dilakukan pengukuran sampel yang memberikan hasil yang

ketelitian suatu alat berdasarkan tingkat akurasi individual hasil analisis, yang ditunjukkan dari nilai *standar deviasi* (SD), *koefisien variasi* (KV) dan repeatabilitas (Tahid&Sekarwati, 2005: 14). Menurut Harmita (2004,122), nilai KV < 2% menunjukkan bahwa metode tersebut memberikan presisi yang baik. Hasil perhitungan uji presisi dapat dilihat pada Tabel 1.

dapat dibedakan dari *noise*, sedangkan LOQ sebesar 2,1 ppm artinya pada konsentrasi tersebut bila dilakukan pengukuran masih dapat memberikan kecermatan analisis.

Tabel 1. Data hasil uji presisi

Ulangan	Absorbansi	Kadar (ppm)
1	0,613	12,0
2	0,613	12,0
3	0,611	12,0
4	0,612	12,0
5	0,605	11,8
6	0,609	11,9
Rata-rata		12,0
SD		0,07
KV		0,56 %
Ketelitian alat		99,44 %

Tabel 2. Data hasil uji akurasi metode dengan penambahan 10 ml larutan baku Ranitidin konsentrasi 1000,0 ppm

Bobot	Pelarut (ml)	Pengenceran	Absorbansi	Kadar (mg)	Recovery
50 mg			0,549		
50 mg + 10 ml baku 1000,0 ppm	50	100	0,648	10,86	108,58%
50 mg			0,548		
Sample + 10 ml baku 1000 ppm	50	100	0,646	10,76	107,59%
50 mg			0,549		
Sample + 10 ml baku 1000 ppm	50	100	0,648	10,90	109,02%
Rata-rata					108,40%
Kesalahan sistematik					8,40%

Uji akurasi

Hasil uji akurasi menunjukkan bahwa metode yang digunakan memiliki ketepatan yang cukup baik ditunjukkan dengan nilai *recovery* berada pada kisaran 80-120% sesuai dengan yang

disyaratkan.

Nilai *recovery* menunjukkan kemampuan metode untuk memberikan ketepatan pengukuran terhadap analit berdasarkan angka perolehan kembali.

Tabel 3. Data hasil uji akurasi metode dengan penambahan 10 ml larutan baku Ranitidin konsentrasi 500 ppm

Bobot	Pelarut (ml)	Pengenceran	Absorbansi	Kadar (mg)	Recovery
50 mg			0,549		
50 mg + 10 ml baku 500 ppm	50	100	0,594	4,99	99,86%
50 mg			0,548		
Sample + 10 ml baku 500 ppm	50	100	0,594	5,00	100,09%
50 mg			0,549		
Sample + 10 ml baku 500 ppm	50	100	0,596	5,09	101,85%
Rata-rata					100,6%
Kesalahan sistematik					0,6%

Tabel 4. Data hasil uji akurasi metode dengan penambahan 10 ml larutan baku Ranitidin konsentrasi 100 ppm

Bobot	Pelarut (ml)	Pengenceran	Absorbansi	Kadar (mg)	Recovery
50 mg			0,549		
50 mg + 10 ml baku 500 ppm	50	100	0,559	1,04	103,6%
50 mg			0,548		
Sample + 10 ml baku 500 ppm	50	100	0,559	0,90	90,4%
50 mg			0,550		
Sample + 10 ml baku 500 ppm	50	100	0,556	1,08	108%
Rata-rata					100,67%
Kesalahan sistematik					0,67 %

Tabel 5. Hasil penetapan kadar tablet Ranitidin

	Absorbansi	Kadar (mg per tablet)	Kadar rata-rata (mg per tablet)	% etiket	
G e n e r i k	1	0,562	154,60	156,34	104,22
		0,560	157,93		
		0,571	156,48		
	2	0,549	147,88	147,82	98,54
		0,548	147,72		
		0,549	147,87		
	3	0,505	144,51	147,04	98,03
		0,525	151,09		
		0,508	145,04		
M e r i k	4	0,547	158,20	155,21	103,48
		0,531	153,67		
		0,531	153,79		
	5	0,572	152,71	152,25	101,50
		0,571	153,20		
		0,563	150,83		
	6	0,500	142,86	142,93	95,29
		0,504	143,02		
		0,501	142,91		
7	0,509	145,77	148,20	98,80	
	0,525	150,99			
	0,515	147,82			
8	0,566	153,15	153,71	102,47	
	0,535	149,18			
	0,606	158,80			

Penetapan Kadar dalam Sampel Tablet Ranitidin

Perbedaan kadar yang terlihat pada delapan sampel dapat terjadi karena perbedaan metode produksi dari masing-masing produsen, termasuk pemilihan bahan tambahan tablet yang digunakan. Beberapa bahan tambahan yang digunakan mungkin akan berpengaruh terhadap hasil absorbansi sehingga akan berpengaruh juga terhadap kadar yang terukur. Untuk mengetahui ada tidaknya perbedaan yang nyata dari ke delapan sampel dilakukan uji ANAVA dengan hasil adanya perbedaan kadar dalam tablet Ranitidin merek dan generik, maka dimungkinkan akan terdapat perbedaan kadar Ranitidin yang terabsorpsi ke dalam darah.

Kadar obat di dalam darah akan menunjukkan banyaknya obat yang dapat berikatan dengan reseptor hingga menimbulkan efek terapi. Jumlah obat yang berikatan dengan reseptor akan berpengaruh pada besar kecilnya efek terapi yang dihasilkan sehingga tablet Ranitidin merek dan generik mempunyai kemanjuran efek terapi yang berbeda.

Kesimpulan

Metode Spektrofotometri UV-Vis dapat digunakan untuk menetapkan kadar tablet Ranitidin merek dan generik menggunakan pelarut methanol. Hasil validasi analisis yang dilakukan didapat akurasi metode dan presisi yang memenuhi persyaratan validitas analisis dan diperoleh nilai linearitas sebesar $r = 0,9988$ dengan batas deteksi 0,6 ppm dan batas kuantitasi 2,1 ppm. Terdapat perbedaan yang bermakna antara kadar Ranitidin dalam tablet Ranitidin merek dan generik. Setelah dilakukan perbandingan antar sampel dengan *post hoc test* diketahui 16 pasangan sampel yang berbeda kadarnya secara bermakna, sedangkan 12 pasangan sampel kadarnya tidak bermakna.

Daftar Pustaka

- Charde *et.al.*, 2006. *UV-Spectrometri Estimation of Ranitidin and Domperidone in Tablet Formulations*. Indian Journal of Pharmaceutical. Departement of Pharmaceutical Science. Rashtrasant Tukdoji Maharaj Nagpur University.
- Harmita, 2004. *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya*. Jakarta. Departemen Farmasi FMIPA-UI.

- Hermawan, A. 2007. *Optimasi Metode Penetapan Kadar Tablet Ranitidin Merk® Dalam Plasma Manusia Secara In Vitro Dengan Metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT)* [Skripsi]. Purwokerto. Fakultas Farmasi, Universitas Muhammadiyah Purwokerto.
- Mulja, M., and Suharman. 1995. *Analisis Instrumental*. Surabaya. Airlangga University Press. Hal.2,6,33-34.
- Raharjo, Sunu Budhi. 2005. Inovasi Baru : Telmisartan, Obat Antihipertensi dengan Potensi Ganda. *Inovasi Online*. <http://io.ppi-jepang.org>. [25 Juli 2009].

MINYAK ATSIRI, PERBANDINGAN KADARNYA PADA RIMPANG TEMULAWAK (*Curcuma xanthorrhiza* Roxb.) YANG DIKERINGKAN DENGAN METODE SINAR MATAHARI DAN OVEN BESERTA PROFIL KROMATOGRAFI GAS SPEKTROMETRI MASSA (KGSM)

Dwi Nur Meilaningrum, Tjiptasurasa, Wiranti Sri Rahayu

Fakultas Farmasi Universitas Muhammadiyah Purwokerto, Jl. Raya Dukuwaluh,
PO Box 202, Purwokerto 53182

ABSTRAK

Temulawak (*Curcuma xanthorrhiza* Roxb.) merupakan tumbuhan dari familia *Zingiberaceae* yang secara historis mempunyai kegunaan tradisional yang cukup luas di kalangan masyarakat Indonesia. Salah satu proses terpenting dalam tahap pembuatan simplisia rimpang temulawak adalah proses pengeringan, pada proses tersebut kuantitas dan kualitas kadar minyak atsiri rimpang temulawak bervariasi. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui kadar minyak atsiri rimpang temulawak dengan pengeringan sinar matahari dan oven. Hasil kadar minyak atsiri rimpang temulawak (*Curcuma xanthorrhiza* Roxb.) pada pengeringan sinar matahari adalah 0,14%v/b sedangkan pada pengeringan oven adalah 0,28%v/b. Hasil yang diperoleh dari analisis dengan uji t menunjukkan adanya perbedaan yang bermakna, ini ditunjukkan dari nilai t hitung lebih besar dari t tabel. Kemudian dilakukan analisis kualitatif minyak atsiri dengan kromatografi Gas Spektrometri Massa, dengan fase gerak helium dan fase diam fenil metil siloksan. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa minyak atsiri temulawak dari pengeringan sinar matahari terdiri atas 28 komponen kimia dengan 5 komponen minyak atsiri tertinggi adalah *sineol*, *champhor*, *alpha kurkumin*, *androsta*, dan *alpha chamigren* sedangkan pengeringan oven terdiri atas 33 komponen kimia dengan 5 komponen minyak atsiri tertinggi adalah *champhor*, *alpha kurkumin*, *androsta*, *germakron* dan *alpha chamigren*.

Kata kunci: minyak atsiri, rimpang temulawak (*Curcuma xanthorrhiza* Roxb.), pengeringan, KGSM.

ABSTRACT

Curcuma xanthorrhiza Roxb is a crop from *Zingiberaceae* family that historically has enough wide traditional use in around of Indonesian people. One of the important process in preparation of simplicia *Curcuma xanthorrhiza* Roxb. rhizome is drying process, where the process influence the quantity or quality volatile oil level of *Curcuma xanthorrhiza* Roxb. rhizome. The aim of this research was to find out the volatile oil level on *Curcuma xanthorrhiza* Roxb. rhizome by oven and drying sunshine. Result of volatile oil of *Curcuma xanthorrhiza* Roxb. rhizome at drying sunshine was 0.14% v/w whereas at drying oven was 0.28% v/w. Obtained result from t test analysis indicated the existence of mean difference, this indicated from t value more than t table. Later perform qualitative analysis of volatile oil with Gas Chromatography Mass Spectrometer with

helium as mobile phase and phenyl metil syloksan as stationary phase. This research result indicated that volatile oil of *Curcuma xanthorrhiza* Roxb. from solar drying consist of 28 chemical constituents. The top five components of the essential oil were cineole, camphor, alpha curcumin, androsta, dan alpha chamigren. Volatile oil from oven drying consists of 33 chemical constituents. The top five components of the essential oil were camphor, alpha curcumin, androsta, germacron and alpha chamigren.

Key word : essential oils, *Curcuma xanthorrhiza* Roxb. rhizome, drying, GCMS.

Pendahuluan

C. xanthorrhiza merupakan salah satu jenis tanaman obat yang mempunyai prospek cerah untuk dikembangkan. Badan Pengawasan Obat dan Makanan Republik Indonesia telah menentukan sembilan tanaman unggulan salah satunya adalah temulawak (Sofia, 2001). Temulawak mempunyai kandungan minyak atsiri yang berkhasiat diantaranya menambah selera makan. Temulawak juga digunakan sebagai jamu yang memperlambat proses penuaan, menghilangkan flek hitam diwajah serta menjaga kelenturan tubuh. Selain itu temulawak juga bisa untuk pengobatan hati, menurunkan kadar kolesterol dalam darah dan sel hati. Semua khasiat itu karena adanya kandungan kurkumin yang ada dalam temulawak (Anonim, 2002).

Tanaman temulawak mengandung minyak atsiri. Menurut Gusmalini (1987) minyak atsiri dapat digunakan sebagai bahan obat-obatan,

parfum, minuman, penyedap makanan dan pestisida. Kandungan minyak atsiri rimpang temulawak sekitar 5% dengan komponen utama 1-sikloisopren mycren, b-curcumen, xanthorrhiza, α -kurkumen, α -chamigen, germakron, felandren, kamfer, sabinen, sineol, zingiberi, turmeron, borneol, atlanton, dan artumeron (Agusta, 2000:103).

Untuk memperoleh minyak atsiri perlu dilakukan pengolahan atau proses yang benar, diantaranya dengan metode pengeringan. Pemilihan metode pengeringan ini sangat penting agar didapatkan minyak atsiri dengan kadar yang tinggi. Pengeringan yang dilakukan harus tepat agar rendemen minyak atsiri yang didapatkan optimal. Sehingga perlu dilakukan penelitian tentang kandungan minyak atsiri jika dilakukan pengeringan dengan metode sinar matahari dan oven. Adapun untuk analisisnya perlu metode analisis yang sesuai untuk minyak atsiri yang mempunyai sifat mudah menguap. Diantaranya adalah dengan

Kromatografi Gas Spektrometri Massa (KGSM).

Metode Penelitian

Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan adalah Rhizoma dari tanaman *C. xanthorrhiza* yang diambil dari Pasingangan Banyumas, aquadest (teknis), Na₂SO₄ anhidrat p.a (merk) dan toluen p.a (merk). Alat yang digunakan adalah alat gelas, oven, alat destilasi uap dan air, *refraktometer Abbe* dan alat Kromatografi Gas Spektrometer Massa (KGSM) merk Shimadzu tipe QP 2010.

Cara Penelitian

Derterminasi Tumbuhan

Untuk mengetahui kebenaran simplisia, dilakukan determinasi tumbuhan *Curcuma xanthorrhiza* Roxb. di laboratorium Taksonomi Tumbuhan Universitas Jenderal Soedirman.

Pengambilan Tumbuhan

Temulawak dipanen saat berumur 10-12 bulan, pada pertengahan musim kemarau ditandai dengan mulai mengeringnya bagian tanaman yang berada di atas permukaan tanah (daun dan batang). Pemanenan dilakukan dengan cara menggali dan mengangkat semua rimpang temulawak, kemudian dicuci dikering-anginkan sampai kulit tidak

basah. Setelah itu, rimpang diiris dengan irisan membujur dengan ketebalan 3-4 mm. Selanjutnya rimpang temulawak tersebut dibagi menjadi 2 bagian untuk pengeringan sinar matahari dan oven.

Pengeringan

a. Pengeringan dengan sinar matahari

Rimpang temulawak dirajang dengan ketebalan antara 3-4 mm diletakkan diatas tikar dan ditutup dengan menggunakan kain hitam, kemudian dijemur pada panas matahari sambil dibalik hingga bagian rimpang menjadi kering, selain itu harus dilindungi pada saat udara menjadi lembab. Pengeringan berlangsung 5-6 hari, dengan rata-rata 3-4 jam (Depkes RI, 1985a:52).

b. Pengeringan dengan oven

Irisan rimpang temulawak diletakan pada rak-rak yang dapat diatur sesuai dengan jumlah bahan yang akan dikeringkan dan suhu serta kelembaban dapat dikendalikan. Suhu diatur 30-50°C. Waktu yang dibutuhkan 6-8 jam. Setelah pengeringan selesai, dilanjutkan dengan sortasi kering yang tujuannya untuk memisahkan benda-benda asing dan pengotor-pengotor lain yang masih ada dan

tertinggal pada simplisia kering misalnya jumlah akar yang melekat terlampau besar dan partikel-partikel pasir, besi, dan benda-benda tanah lain yang harus dibuang (Depkes RI, 1985a:15).

Isolasi Minyak Atsiri

Isolasi minyak atsiri menggunakan metode destilasi uap dan air. Simplisia temulawak sebanyak 500 g dimasukkan ke labu destilasi 2000 ml, ditambah air sebanyak 2 L kemudian dihubungkan dengan pendingin yang telah terhubung dengan kondensor 1,0 ml berskala 0,01 ml lalu dipanaskan sampai mendidih. Destilat yang keluar ditampung. Destilasi dihentikan setelah tidak ada penambahan minyak atsiri. Destilat yang tertampung di dalam corong pisah berupa fase minyak dan fase air. Fase minyak kemudian dipisahkan dari fase air. Untuk memisahkan sisa air pada minyak, maka digunakan Na_2SO_4 anhidrat. Setelah penyulingan selesai, biarkan selama 15 menit dalam suhu kamar, catat volume dan berat minyak, kemudian disimpan di dalam botol kedap cahaya yang ditutup. Kadar minyak atsiri dihitung dalam %v/b (menyatakan jumlah ml zat dalam 100 g bahan atau hasil akhir). Destilasi dilakukan selama 3 jam

terhitung mulai destilat pertama menetes ke dalam corong pisah dan dilakukan sebanyak 3x.

Penetapan Indeks Bias Minyak Atsiri

Minyak atsiri yang diperoleh ditetapkan indeks bias dengan *Refraktometer ABBE*. Sebagai kontrol dilakukan juga penetapan indeks bias terhadap aquadest. Indeks bias minyak atsiri yang diperoleh dapat diperhitungkan terhadap indeks bias kontrol.

Penetapan Susut Pengerinan

Analisis kadar air dilakukan dengan metode gravimetri yaitu dengan menimbang sejumlah bahan basah yang kemudian dimasukkan ke dalam cawan porselin yang dipanaskan dalam oven dengan suhu 105°C hingga mencapai bobot konstan yaitu perbedaan 2 penimbangan berturut-turut tidak lebih dari 0,25%. Hasil yang diperoleh dinyatakan dengan % kadar susut pengeringan. Kadar air diperoleh dari persentase kadar susut pengeringan dikurangi kadar minyak atsiri yang didapat

(http://balittro.litbang.deptan.go.id/index2.php?option=com...do_pdf).

Pemeriksaan Organoleptik

Minyak atsiri temulawak yang didapatkan dengan penyulingan uap

dan air, dilakukan pemeriksaan organoleptik minyak temulawak terhadap bau, warna dan rasa.

Kromatografi Gas Spektrometri Massa

Minyak atsiri yang diperoleh diinjeksikan ke dalam ruang injeksi sebanyak 0,1 µl pada alat KGSM Shimadzu QP-2010. Aliran gas teruapkan masuk ke dalam kolom dan kolom akan memisahkan komponen – komponen minyak atsiri. Dengan oven temperatur program yang ada pada suhu awal 80°C ditahan selama 5 menit; setelah ditahan selama 5 menit suhu mengalami kenaikan 5°C/menit hingga suhu 270°C dan ditahan selama 2 menit. Komponen tersebut selanjutnya dideteksi oleh kromatografi gas spektrometri massa, sehingga dihasilkan data berupa spektra.

Analisis Hasil Penelitian

Data kadar yang diperoleh dianalisis secara statistik dengan uji t. Jika harga t hitung, yang diperoleh dengan taraf kepercayaan 95% > t tabel, berarti terdapat perbedaan bermakna. Sebaliknya, jika t hitung < t tabel, berarti perbedaan tersebut tidak bermakna.

Hasil Dan Pembahasan

Susut Pengerinan dan Kadar Air Rimpang Temulawak

Susut pengeringan adalah hasil dari pengeringan bobot sampel basah dikurangi dengan bobot sampel kering (setelah pemanasan) pada suhu 105°C. Uji susut pengeringan mencapai bobot ini dikatakan selesai apabila berat penimbangan sudah konstan. Hasil susut pengeringan dapat digunakan untuk menghitung kadar air.

Tabel 1. Kondisi alat KGSM

Paramater	Kondisi
Jenis pengion	EI (<i>Electron Impact</i>)
Gas Pembawa	Helium
Suhu injektor	290°C
Oven	Suhu awal: 80°C Waktu awal: 5 menit
Temperatur program	Rate: 5°C/menit Temp.:270°C Time: 2 menit
Tekanan gas pembawa (kpa)	16,50
Aliran total (ml/min)	80,00
Kolom (<i>open tubular column</i>)	Panjang: 30m Diameter: 0,25

Tabel 2. Hasil Susut Pengeringan dan Kadar Air Rimpang Temulawak

Metode	Berat sampel (g)	Bobot konstan (g)	% susut pengeringan	% kadar air
Sinar matahari	50,21	47,41	5,576	5,396
	50,25	47,55	5,373	5,253
	20,23	47,63	5,176	5,036
			$\bar{x} = 5,375$	
Oven	50,22	46,12	8,164	7,864
	50,19	46,49	7,371	7,091
	50,21	46,51	7,369	7,089
			$\bar{x} = 7,634$	

Catatan: Susut pengeringan = Berat simplisia mula-mula – berat simplisia kering

Dari tabel 2 menunjukkan, bahwa pengeringan dengan sinar matahari didapatkan kadar air lebih sedikit, hal ini sejalan dengan reaksi penguapan. Namun secara keseluruhan kadar air yang didapat kurang dari 10% yang berarti memenuhi persyaratan kadar air yang diperbolehkan dalam simplisia terkait dengan kemurnian dan kontaminasi (Depkes RI, 1985).

Isolasi dan Kadar Minyak atsiri Rimpang Temulawak

Isolasi minyak atsiri rimpang temulawak dilakukan dengan metode penyulingan uap dan air (*Water and steam distillation*). Prinsip penyulingan dengan metode ini adalah dengan menggunakan tekanan uap rendah. Bahan tanaman yang akan diproses ditempatkan dalam suatu piringan yang berlubang-lubang yang diletakkan diatas dasar alat penyulingan, dan pada

bagian bawahnya diisi air sedikit di bawah bahan.

Bahan tanaman yang akan disuling hanya terkena uap dan tidak terkena air mendidih setelah air mendidih. Uap air akan bergerak ke atas melalui lubang-lubang pada piringan dan terus mengalir melalui sela-sela bahan. Pada suhu air mendidih, sebagian minyak yang mudah menguap larut dalam air yang terdapat di dalam kelenjar-kelenjar. Larutan minyak atsiri ini oleh peristiwa osmosis menembus melalui selaput-selaput yang telah menggelembung dan akhirnya mencapai permukaan yang paling luar, kemudian minyak atsiri akan teruapkan oleh uap yang dilewatkan. Prinsip ini berlangsung terus menerus sehingga semua senyawa yang mudah menguap terdifusi dari kelenjar-kelenjar minyak dan kemudian teruapkan oleh uap air yang lewat (Sastrohamidjojo, 2004:11).

Uap air yang timbul selanjutnya melewati pendingin atau kondensor yang dialiri air. Penggunaan kondensor ini untuk mendinginkan kembali uap yang lewat. Karena volume air yang terembunkan lebih besar dari minyak atsiri yang dihasilkan, maka air tersebut harus dikeluarkan terus menerus, dan hal ini digunakan corong pisah sebagai penampung. Air penyuling dan minyak atsiri yang dihasilkan akan terpisah dengan sendirinya. Kedua cairan tersebut membentuk 2 fase, yaitu fase minyak dan fase air, karena perbedaan berat jenis, dimana berat jenis air lebih besar dari pada berat jenis minyak atsiri, sehingga fase minyak berada di atas dan fase air berada di bawah. Air yang berada di dalam corong pisah kemudian dibuang.

Sisa-sisa air yang masih tertinggal dihilangkan dengan menambahkan Na_2SO_4 anhidrat, yang akan mengikat air dengan cara adsorpsi. Hasil ikatan antara air dan Na_2SO_4

anhidrat ini kemudian dibuang, sehingga akan didapatkan minyak atsiri yang bebas dari air.

Dari kadar minyak atsiri yang diperoleh dilakukan uji t dengan taraf kepercayaan 95%, dimana $t_{\text{hitung}} = 7,425 > t_{\text{tabel}} = 2,776$, hal ini menunjukkan adanya perbedaan yang bermakna. Dari kedua hasil di atas dapat diketahui bahwa ada pengaruh antara metode pengeringan yang satu terhadap yang lain, dalam kadar minyak atsiri yang diperoleh. Penetapan Indeks Bias.

Indeks bias ditetapkan karena dapat digunakan untuk mengetahui kualitas dari minyak atsiri berdasarkan indeks bias standarnya. Semakin mendekati nilai indeks bias standar maka kualitas minyak atsiri yang dihasilkan tersebut semakin baik. Diketahui bahwa indeks bias minyak atsiri temulawak 1,5024-1,5079 pada suhu 25°C (Anonim, 2008).

Tabel 3. Hasil Isolasi dan Kadar Minyak Atsiri Rimpang Temulawak

Metode	Replikasi	Berat basah (g)	Volume minyak (ml)	Kadar minyak atsiri (%v/b)
Sinar matahari	1	500	0,9	0,18
	2		0,7	0,12
	3		0,6	0,14
Oven	1	500	1,5	0,3
	2		1,4	0,28
	3		1,4	0,28

Karena pengukuran indeks bias tidak dilakukan pada suhu 25°C maka nilai indeks bias ditambahkan dengan angka koreksi 0,00045 tiap kenaikan suhu 1°C (Guenther, 1987:299). Dari kedua metode pengeringan, didapat bahwa harga indeks bias yang paling baik, yaitu mendekati nilai indeks bias standar adalah minyak temulawak yang

didapatkan dari pengeringan di oven yaitu 1,5551.

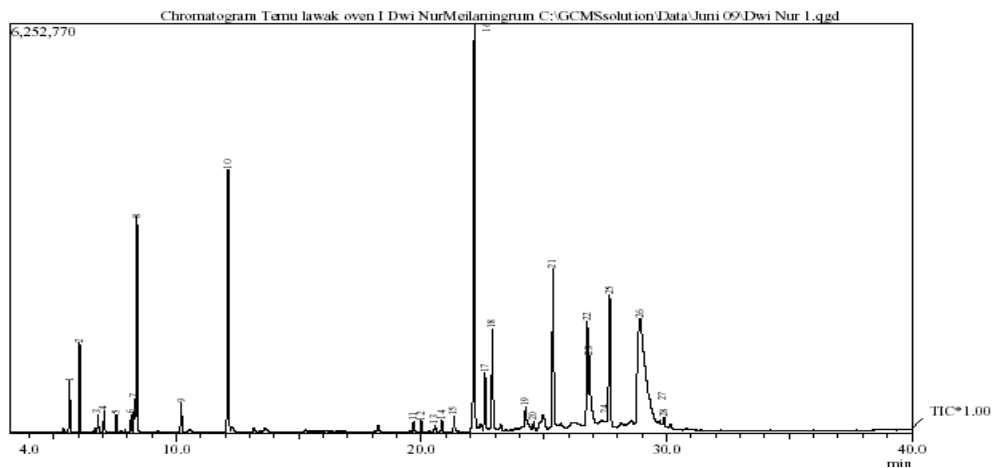
Pemeriksaan Organoleptik

Pemeriksaan organoleptik menunjukkan bahwa minyak atsiri rimpang temulawak yang dihasilkan baik dari bentuk, warna, bau dan rasa sesuai dengan sifat umum dari minyak atsiri.

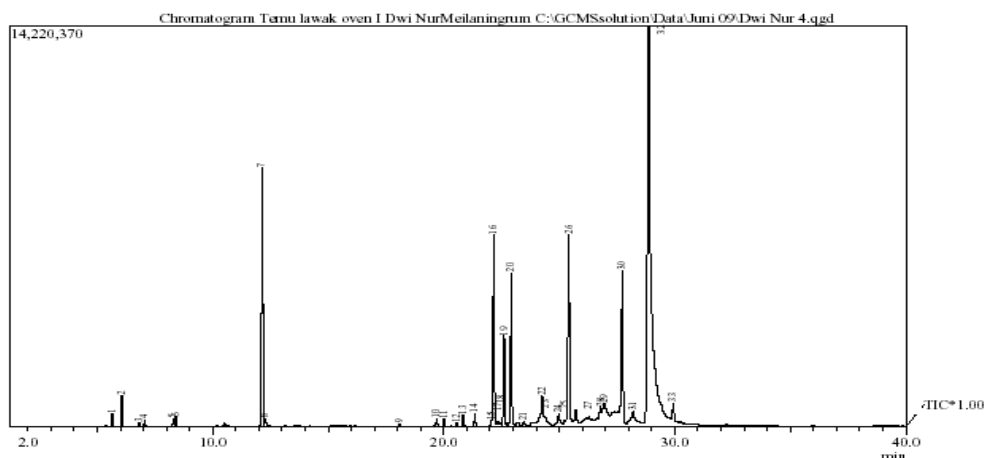
Tabel 4. Hasil Pemeriksaan Organoleptik

Pengamatan	Hasil	Kriteria Standard Mutu (MMI)
Bentuk	Bundar, tidak rata	Bundar Atau Jorong
Warna	Jernih, kekuningan, agak gelap	Kuning jingga sampai coklat
Bau	Khas aromatik	Khas aromatik
Rasa	Pahit	Pahit

Analisis Kualitatif dan Kuantitatif Minyak Atsiri dengan KGSM



Gambar 1. Kromatogram hasil KGSM minyak atsiri rimpang temulawak yang dikeringkan pada sinar matahari.



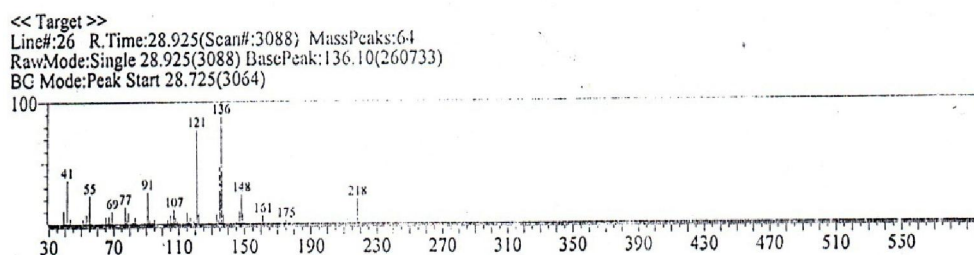
Gambar 2. Kromatogram hasil KGSM minyak atsiri rimpang temulawak yang dikeringkan pada oven

Kromatogram minyak atsiri temulawak dengan pengeringan sinar matahari menunjukkan adanya 28 puncak. Jadi senyawa penyusun minyak atsiri rimpang temulawak sinar matahari diperkirakan terdiri dari 28

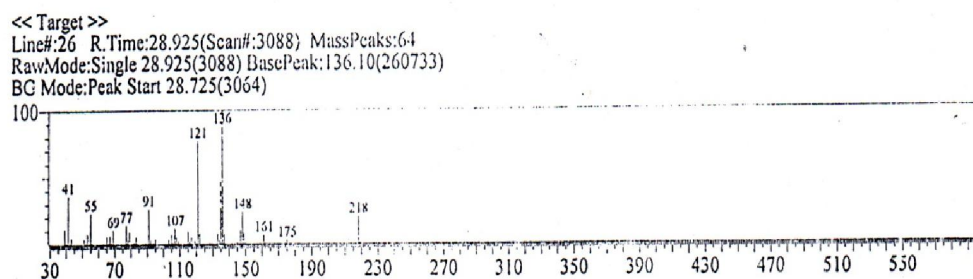
senyawa penyusun. Kromatogram untuk minyak temulawak dengan pengeringan oven menunjukkan adanya 33 puncak, sehingga diperkirakan terdiri dari 33 senyawa penyusun.

Tabel 5. Luas area puncak kromatogram

Metode Pengeringan	Puncak No	Senyawa	Waktu Retensi (menit)	Luas Area Senyawa	Luas Area Total	% area
Sinar Matahari	8	1,8-Cineol	8,395	10816264	139936793	7,73
	10	Camphor	12,120	15033600		10,74
	12	Alpha curcumin	22,159	23380601		16,71
	21	Androsta	25,374	9830055		7,02
	26	Alpha chamigrene	28,725	31433596		22,46
Oven	7	Champhor	12,155	38469287	343250752	11,21
	16	Alpha Curcumin	22,170	26928649		7,85
	26	Androsta	25,415	32135307		9,36
	30	Germacrone	27,731	25784986		7,51
	32	Alpha chamigrene	28,974	151330711		44,09



Gambar 5. Spektrum massa alpha chamigrene dari minyak atsiri rimpang Temulawak hasil pengeringan dengan sinar matahari



Gambar 6. Spektrum massa alpha chamigrene dari minyak atsiri rimpang Temulawak hasil pengeringan dengan sinar matahari

Tabel 5 menunjukkan bahwa pengeringan dengan sinar matahari dan pengeringan dengan oven memiliki 4 komponen utama yang sama yaitu *camphor*, *alpha curcumin*, *androsta* dan *alpha chamigrene*. Senyawa *alpha chamigrene* merupakan puncak tertinggi dan luas terbesar dibandingkan dengan kelima senyawa lainnya. Sehingga senyawa kandungan minyak atsiri yang paling dominan adalah senyawa *alpha chamigrene*. Rendemen alpha chamigrene dari minyak atsiri hasil isolasi rimpang

temulawak hasil pengeringan dengan sinar matahari adalah 0,031%v/b sedangkan rendemen alpha chamigrene dari minyak atsiri hasil isolasi rimpang temulawak hasil pengeringan dengan oven adalah 0,123%v/b.

Kesimpulan

Metode pengeringan yang berbeda memberikan perbedaan kadar minyak atsiri *alpha chamigren* temulawak dari pengeringan sinar matahari yaitu 0,031%v/b dan kadar minyak atsiri *alpha chamigren*,

temulawak dari pengeringan oven yaitu 0,123%v/b. Minyak atsiri temulawak dari pengeringan sinar matahari terdiri atas 28 penyusun dengan 5 komponen minyak atsiri tertinggi adalah *sineol*, *champhor*, *alpha kurkumin*, *androsta*, dan *alpha chamigren* sedangkan minyak atsiri pengeringan oven terdiri atas 33 penyusun dengan 5 komponen minyak atsiri tertinggi adalah *champhor*, *alpha kurkumin*, *androsta*, *germakron* dan *alpha chamigren*.

http://balittro.litbang.deptan.go.id/index2.php?option=com...do_pdf. [16februari2008]).

Sastrohamidjojo, H. 2004. *Kimia Minyak Atsiri*. Universitas Gajah Mada: Jogya.

Daftar Pustaka

- Anonim. 2008. *Material Safety Data Sheat*.
<http://www.directionaromatics/D11.html> diakses 25 juni 2008.
- Agusta, A. 2000. *Minyak Atsiri Tanaman Tropik Indonesia*. Bandung. ITB.
- Depkes RI. 1985a. *Cara Pembuatan Simplisia*. Jakarta: Penerbit Direktoral Jendral Pengawasan Obat dan Makanan.
- _____. 1986. *Sediaan Galenik*. Jakarta. : Departemen Kesehatan RI.
- Guenther, E. 1987. *Minyak Atsiri*. Jilid IV (terjemahan). Ketaren. Jakarta UI Press.