

INTISARI

Kunyit (*Curcuma longa* L.) dan temulawak (*Curcuma xanthorrhiza* Roxb.) diketahui mengandung senyawa aktif kurkuminoid, yaitu *bis*-demetoksikurkumin (BDMK), demetoksikurkumin (DMK) dan kurkumin (K). Adanya penggunaan komponen herbal ini untuk bahan baku sediaan farmasi menuntut adanya penjaminan mutu baik bahan baku herbal ataupun produk jadinya. Metode analisis yang valid, cepat, murah dan sederhana seperti metode spektroskopi IR menjadi pilihan untuk dikembangkan lebih lanjut. Tujuan dari penelitian ini yaitu melakukan optimasi dan validasi metode analisis kuantitatif kurkuminoid pada sediaan sirup menggunakan spektrofotometri IR tanpa pemisahan.

Pada penelitian ini dilakukan analisis kuantitatif kurkuminoid dalam sediaan sirup menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) dan spektroskopi FTIR yang dikombinasikan dengan kalibrasi multivariat *partial least square* (PLS). Pendekatan *Respon surface Design* (*Box-behnken Design*) dilakukan untuk optimasi kondisi KCKT dibantu dengan *software Design Expert 7.1.5*. Validasi metode analisis memberikan hasil baik dilihat dari parameter selektivitas, linieritas, presisi, akurasi, batas deteksi dan batas kuantitasi yang dilakukan pada sampel sirup A® (DMK dan K) dan sirup B® (BDMK, DMK dan K). Analisis kuantitatif dengan spektroskopi FTIR dimulai dengan membuat model kalibrasi yang dibangun berdasar seri sampel dengan kadar aktual yang diperoleh dari penetapan secara KCKT pada bilangan gelombang yang optimal, dengan kriteria kalibrasi dan validasi berupa nilai *root mean square error of calibration* (RMSEC), *Root Mean Square Error of Predicted* (RMSEP), *root mean square error of cross validation* (RMSECV) dan *predicted residual error sum of square* (PRESS) yang semakin kecil dan R^2 yang mendekati 1.

Pemodelan kalibrasi dilakukan dengan *software TQ Analyst* untuk sirup A®, dan Minitab 16 untuk sirup B®. Model kalibrasi untuk sirup A® yang optimal menggunakan nilai serapan pada 1503,9-844,19 cm^{-1} dan sirup B® pada 1500,35-900,11 cm^{-1} memberikan hasil $R^2 > 0,9$ serta RMSEC yang relatif kecil untuk kedua sampel. Hasil validasi internal (*leave one out*) dan validasi eksternal untuk kedua sampel mampu memberikan nilai $R^2 > 0,9$ dengan nilai PRESS, RMSECV dan RMSEP yang relatif kecil. Pada penetapan kadar kurkuminoid sampel eksternal menggunakan spektroskopi FTIR-kalibrasi multivariat PLS, sirup A® menunjukkan hasil tidak berbeda bermakna (*independent sample t-test*) dibandingkan hasil penetapan secara KCKT ($p > 0,05$), sedangkan pada sirup B® menunjukkan adanya perbedaan bermakna ($p < 0,05$). Penggunaan matriks plasebo yang belum tepat kemungkinan mengganggu serapan sampel. Meskipun demikian, metode analisis menggunakan spektroskopi FTIR-kalibrasi multivariat model PLS diharapkan dapat digunakan sebagai metode alternatif untuk penetapan kadar kurkuminoid dalam sediaan sirup dengan lebih memperhatikan ketepatan jenis matriks plasebo.

Kata kunci: Kurkuminoid, KCKT, *Box Behnken Design*, spektroskopi FTIR, kalibrasi multivariat-PLS

ABSTRACT

Turmeric (*Curcuma longa* L.) and temulawak (*Curcuma xanthorrhiza* Roxb.) known contained curcuminoid, namely *bis*-demethoxycurcumin (BDMK), demethoxycurcumin (DMK) and curcumin (K) are mostly used in herbal medicine. Valid, rapid, cheap and simple method analysis such as IR spectroscopy was developed in order to built a good quality assurance to assure the quality of herbal medicine product as above in effective way. The aim of this study was to optimize and validate kurkuminoid quantitative analysis method in syrup dosage form using infrared spectroscopy without separation.

In this research, curcuminoid in syrup dosage form (A and B syrup) were quantified using FTIR spectroscopy, which combined with multivariat calibration-PLS (partial least square). Before, curcuminoid HPLC analysis method was optimized effectively using respon surface methodology (Box-Behnken) utilized with Design Expert 7.1.5. The selected methods were in good validation result for each parameter namely selectivity, specificity, linearity, precision, recovery and sensitivity. These validated methods were used to determine actual content of curcuminoid on each syrup sample prior to build calibration model combined with IR serapan spectrum. The optimal calibration model were built in optimum wave number, with calibration and validation criteria were the more smaller of root mean square error of calibration (RMSEC), Root Mean Square Error of Predicted (RMSEP), root mean square error of cross validation (RMSECV) dan predicted residual error sum of square (PRESS) and the more closer to 1 of determination coefficient (R^2).

Calibration model were built using TQ Analyst for A syrup, and Minitab 16 for B syrup. Optimum wave number for A was $1503,9-844,19 \text{ cm}^{-1}$, while $1500,35-900,11 \text{ cm}^{-1}$ for B. Calibration model for both syrup gave $R^2 > 0,99$, with relatively small RMSEC value for all cucuminoid content. The A and B syrup validation result for both internal (leave one out) and external also gave relatively good result, which provide $R^2 > 0,9$ with relatively small value of PRESS, RMSECV and RMSEP. Kurkuminoid assay in A syrup using spectroscopy FTIR combined with multivariat-PLS was showed not significantly different if compared statistically using independent sample t test with HPLC assay did ($p > 0,05$), but neither did B syrup, which showed significantly different ($p < 0,05$). This might be because of the use of improper plasebo matrix in IR analysis, which caused serapance disturbance. However, quantitative analysis method using spectroscopy FTIR combined with multivariat calibration hopefully can be used as alternative method to determine kurkuminoid in easy, simple and fast way with a highly noticed to select a suitable plasebo matrix.

Kata kunci: Curcuminoid, HPLC, Box Behnken Design, FTIR Spectroscopy, multivariat calibration-PLS