

ABSTRACT

Curcuma xanthorrhiza Roxb (Temulawak) contains curcuminoids with various pharmacological effects. Curcuminoid is main components present in *C. xanthorrhiza*. To assure the quality and efficacy of traditional medicine products containing *C. xanthorrhiza*, the content of curcuminoids in the product must be accurately determined. Easy, inexpensive, and fast analytical method must be developed for routine analysis of curcuminoids. FTIR spectroscopy combined with multivariate calibration of partial least square (PLS) represents such method with a considerable efficiency.

This research analyzes the content of curcuminoids in ethanolic extract of Temulawak using FTIR spectroscopy combined with PLS. The actual contents of curcuminoids in the ethanolic extract of Temulawak was previously determined using high performance liquid chromatography (HPLC) with a PDA detector. FTIR spectroscopy is validated by cross validation "leave-one-out" and external validation with the serues of validation set samples, used to verify the calibration model. In the FTIR spectra data, the range of selected is the wavenumbers that describe the correlation between the actual value and the predictive value of the components, indicated by the highest R^2 value with small PRESS and RMSEC values in the calibration model.

In the FTIR spectra, calibration model gives the optimal results at 1307-948 cm^{-1} . The R^2 values of calibration model and cross-validation "leave-one-out" for curcumin (K), demetoxycurcumin (DMK) and total curcuminoids (KT) were > 0.99 with RMSEC, RMSECV and PRESS values were relatively small, whereas the R^2 values for external validation were 0.98; 0.99; 0.98, with RMSEP and PRESS values were relatively small for K, DMK and BDMK, respectively. Curcuminoids content determined in the external samples using FTIR spectroscopy combined with PLS for multivariate calibration method was not statistically significant compared with those using HPLC method (independent t-test, $P > 0.05$). In this study, we conclude that FTIR spectroscopy combined with PLS for multivariate calibration can be used as an alternative method to determine the curcuminoids content in ethanolic extract of *C. xanthorrhiza* without a prior separation.

Keywords: *Curcuma xanthorrhiza* Roxb, curcuminoids, spectroscopy FTIR, PLS, HPLC

INTISARI

Temulawak mengandung senyawa aktif kurkuminoid. Senyawa ini merupakan senyawa aktif dalam temulawak yang menunjukkan berbagai efek farmakologis. Perlu penjaminan mutu kandungan komponen kurkuminoid dalam ekstrak temulawak sehingga produk obat tradisional yang dihasilkan dapat terjamin kualitas dan khasiatnya. Metode analisis yang mudah, murah dan cepat akan sangat bermanfaat untuk pengujian rutin dalam penjaminan mutu ekstrak temulawak. Analisis dengan metode spektroskopi FTIR yang dikombinasikan dengan kalibrasi multivariat PLS memberikan pilihan metode analisis yang efisien, mudah dan murah. Metode analisis secara KCKT memiliki beberapa keunggulan diantaranya mampu memisahkan senyawa-senyawa dari campurannya, mempunyai kepekaan dan resolusi yang tinggi.

Penelitian ini melakukan analisis kadar komponen kurkuminoid dalam ekstrak etanolik temulawak menggunakan spektroskopi FTIR dikombinasikan dengan teknik kalibrasi multivariat *partial least square* (PLS). Kadar ekstrak etanolik temulawak sebelumnya sudah dianalisis menggunakan metode kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT) dengan detektor PDA yang telah divalidasi untuk mengetahui kadar aktual komponen kurkuminoid dalam ekstrak tersebut. Spektroskopi FTIR divalidasi dengan validasi silang “*leave-one-out*” dan validasi eksternal dengan set validasi yang digunakan untuk memverifikasi model kalibrasi. Pada olah data spektra, rentang daerah bilangan gelombang yang dipilih adalah yang dapat menggambarkan korelasi antara nilai aktual dan nilai prediksi yang paling optimal untuk analit, yang digambarkan dengan nilai R^2 yang paling tinggi dengan nilai RMSEC maupun PRESS yang kecil pada model kalibrasi dan nilai R^2 yang paling tinggi dengan nilai PRESS maupun RMSECV yang kecil pada validasi internalnya.

Pemodelan kalibrasi memberikan hasil yang optimum pada daerah bilangan gelombang $1307-948\text{ cm}^{-1}$. Nilai R^2 pemodelan kalibrasi dan validasi silang “*leave-one-out*” untuk kurkumin (K), demetoksikurkumin (DMK) dan kurkuminoid total (KT) semuanya $> 0,99$ dengan nilai RMSEC, RMSECV dan PRESS yang relatif kecil, sedangkan untuk validasi eksternal diperoleh nilai R^2 sebesar 0,98; 0,99; 0,98 dengan nilai RMSEP dan PRESS yang relatif kecil untuk masing-masing K, DMK dan KT. Pada penetapan kadar kurkuminoid dalam sampel eksternal menggunakan spektroskopi FTIR-kalibrasi multivariat PLS yang dibandingkan secara statistik menggunakan uji *independent sample t-test* dengan penetapan kadar kurkuminoid menggunakan KCKT menunjukkan hasil kedua metode tidak berbeda signifikan ($P > 0,05$). Dengan demikian, dapat disimpulkan bahwa metode analisis menggunakan spektroskopi FTIR-kalibrasi multivariat model PLS dapat digunakan sebagai metode alternatif untuk penetapan kadar kurkuminoid dalam ekstrak etanolik temulawak tanpa tahap pemisahan.

Kata kunci : temulawak, kurkuminoid, spektroskopi FTIR, kalibrasi multivariat PLS, KCKT