

## ANALISIS INTERAKSI KIMIA FOURIER TRANSFORM INFRARED (FTIR) TABLET GASTRORENTIF EKSTRAK DAUN PETAI (*Parkia speciosa* Hassk) DENGAN POLIMER HPMC-K4M DAN KITOSAN

Nurfitriyana<sup>1\*</sup>, Najma Annuria Fithri<sup>2</sup>, Fitria<sup>2</sup>, Rini Yanuarti<sup>1</sup>,

<sup>1</sup>Program Studi Farmasi, Fakultas Sains dan Teknologi, Institut Sains dan Teknologi Al-Kamal, Jl. Raya Al-Kamal No.2 Kelurahan Kedoya Selatan, Kebon Jeruk Jakarta Barat 11520

<sup>2</sup>Program Studi Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sriwijaya, Jl. Raya Palembang-Probumulih Km 32. Inderalaya, Sumatera Selatan.

Korespondensi: [nurfitriyana1806@gmail.com](mailto:nurfitriyana1806@gmail.com)

Received: 24 June 2022, Revision: 28 June 2022, Accepted: 24 July 2022

### Abstrak

Ekstrak etanol daun petai (EDP) mengandung senyawa flavonoid, tanin, dan terpen yang berkhasiat untuk terapi tukak lambung. Formulasi sediaan gastroretentif EDP sistem gastrorentif bertujuan untuk memperlama waktu tinggal obat di lambung sehingga meningkatkan bioavailabilitas obat menggunakan polimer HPMC-K4M dan Kitosan. Penelitian ini berujuan untuk mengetahui interaksi kimia antara polimer HPMC-K4M dan kitosan dengan ekstrak. Preparasi sediaan dilakukan dengan granulasi basah dengan perbedaan konsentrasi HPMC-K4M dan kitosan untuk F1 (10% : 5%), FA (25% : 5%), FB (10% : 20%), dan FAB (25% : 20%). Interaksi kimia menggunakan FTIR (Fourier Transform Infra Red) dan anilis kandungan senyawa menggunakan KLT (Kromatografi lapis tipis). Hasil penelitian menunjukkan bahwa Tablet dan ekstrak mengandung senyawa flavonoid, tanin dan terpen. Tidak terjadi interaksi kimia antara polimer HPMC-K4M dan kitosan dengan ekstrak yang dibuktikan dengan tidak terbentuknya gugus fungsi baru antara ekstrak dan polimer.

Kata kunci: FTIR, Interaksi Kimia, HPMC-K4M, Kitosan, Ekstrak,

### Abstract

*Parkia speciosa* Hassk ethanol leaves extract contains flavonoid, tanin, and terpen as ulcer peptic remedy. Formulation of gastroretentive EEDP with floating-mucoadhesive system aims to control prolonged release of drugs in stomach to increase bioavailability. This study aims to determine the chemical interaction between HPMC-K4M polymer and chitosan with extracts. Tablets were made by wet granulation method, i.e. ratio of the concentration of HPMC-K4M and chitosan in F1 (10% : 5%), FA(25% : 5%), FB (10% : 20%), and FAB (25% : 20%). Chemical interactions using FTIR (Fourier Transform Infra Red) and compound content analysis using TLC (Thin Layer Chromatography). The results showed that the tablets and extracts contained flavonoid compounds, tannins and terpenes There is no chemical interaction between tablet component that may interfere to functional group of *Parkia speciosa* Hassk leaves extract, so *Parkia speciosa* Hassk leaves extract is expected to remain as anti-ulcer remedy.

Keywords: FTIR, Chemical Interaction, HPMC-K4M, Chitosan, Extract

## PENDAHULUAN

Al-Batran *et al.* (2013) menyatakan bahwa ekstrak etanol daun petai (EEDP) dosis 100 mg/kgBB pada hewan uji mengurangi perluasan tukak lambung dengan persen hambat sebesar 75% hampir sama yang ditunjukkan omeprazole dosis 20 mg/kgBB. Sebagai agen terapi tukak lambung, ekstrak etanol daun petai diformulasikan menjadi sediaan gastroretentif untuk meningkatkan efektifitas dalam penggunaan dan efek terapinya (Hasyim, 2012).

Kitosan dan HPMC-K4M merupakan polimer yang dapat digunakan untuk gastroretentif dengan sifat mukoadhesif dan *floating* di lambung (Samal *et al.*, 2012). Sifat mukoadhesif dari HPMC-K4M disebabkan pembentukan ikatan hidrogen dengan komponen mukus sedangkan sifat *floating* dari HPMC-K4M dikarenakan dapat membentuk matriks gel yang memperlambat penetrasi cairan sehingga pelepasan obat diperpanjang (Kadajji and Guru, 2013). Sifat mukoadhesif dari kitosan disebabkan oleh sifat kationik kitosan membentuk kompleks dengan biomolekul yang bermuatan negatif sehingga interaksi sel mukosa lebih efisien. Sifat *floating* dari kitosan mudah membentuk *swelling* ketika berinteraksi dengan asam sehingga mudah mengapung (Samal *et al.*, 2012; Ulfa, 2015).

Salah satu metode spektroskopi yang sangat populer adalah metode spektroskopi FTIR (*Fourier Transform Infrared*), merupakan metode spektroskopi inframerah modern yang dilengkapi dengan teknik transformasi Fourier untuk deteksi dan analisis hasil

spektrumnya (Harmita 2006). Spektrum FTIR merupakan hasil interaksi antara senyawa-senyawa kimia dalam matriks sampel yang kompleks. Spektrum FTIR sangat kaya dengan informasi struktur molekular dengan serangkaian pita serapan yang spesifik untuk masing-masing molekul sehingga dapat digunakan untuk membedakan suatu bahan baku yang memiliki kemiripan (Sun, *et al.*; 2010). Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis ada tidaknya interaksi kimia antara senyawa di ekstrak dengan polimer HPMC-K4M dan Kitosan.

## METODE

### Bahan dan Alat

Bahan dalam penelitian ini Ekstrak daun petai, HPMC-K4M (Asian Pharmaceutical), kitosan (CV Multiguna), magnesium stearat (Asian Pharmaceutical), talk (Asian Pharmaceutical), Avicel® (Asian Pharmaceutical), etanol 96% (Dira Sonita), natrium bikarbonat (Asian Pharmaceutical), aquadest, (Dira Sonita), kuersetin (Sigma- Aldrich), NaCl, KCl (Brataco), plat silika GF254 (Merck), AlCl<sub>3</sub>, asam sulfat dan FeCl<sub>3</sub> (Dira Sonita).

Alat dalam penelitian ini ayakan mesh 12 (1,7 mm), ayakan mesh 14 (1,4 mm) (Retsch®), spektrofotometer FTIR (Bruker, Optik, Ettlingen, Jerman, timbangan analitik (Sartorius®), magnetic stirrer (IKA® C-MAG HS 4), oven (Autonic® TC4S), mesin pencetak tablet *single punch* (DTR 4), *rotary evaporator* (Yamato®, RE301), lampu UV 254

dan 266 nm, alat bedah, bejana KLT, pipa kapiler, dan alat-alat gelas (Pyrex®).

### Metode Pembuatan

#### Pembuatan Tablet

Tablet dibuat dengan granulasi basah. Massa tablet dibuat dengan mencampurkan ekstrak daun petai, polimer (HPMC-K4M dan kitosan), NaHCO<sub>3</sub>, larutan pengikat PVP K30

sampai terbentuk massa yang dapat dikepal. Massa diayak dengan ayakan Mesh 12 dan keringkan dalam oven pada suhu 50°. Massa granul kering diayak kembali dengan ayakan Mesh 14. Tambahkan magnesium stearat dan talkum sampai homogen dan dicetak menjadi tablet dengan bobot 1000 mg (Ulfa 2015; Nurfitriyana, 2020). Formula tablet tertera pada Tabel 1.

Tabel 1. Formula tablet gastrorentif

Bahan	Fungsi	F1(1)	F2(A)	F3(B)	F4(AB)
EEDP	Zat aktif	480	480	480	480
HPMC-K4M	Polimer	100	250	100	275
Kitosan	Polimer	50	50	200	220
Avicel®	Pengisi	qs	qs	qs	qs
PVP-K30	Pengikat	50	50	50	55
NaHCO <sub>3</sub>	Agen pembasa	50	50	50	55
Talkum	<i>Glidant</i>	10	10	10	11
Mg Stearat	Lubrikan	10	10	10	11
Bobot tablet		1000	1000	1000	1100

### Studi Interaksi Kimia Dengan Faurier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

Interaksi kimia antar HPMC-K4M, kitosan, Ekstrak Daun Petai (EDP), tablet EDP dipelajari dengan menggunakan spektrometer FTIR pada bilangan gelombang 4000 – 400 cm<sup>-1</sup>. Sampel terdiri dari HPMC-K4M, EEDP, dan tablet dikeringkan sampai konstan. Sampel dicampurkan dengan kristal KBr (kalium bromida) dan digerus hingga homogen. Campuran tersebut dimasukkan dalam wadah berbentuk cakram untuk membentuk pelet. Pelet dimasukkan dalam FTIR dan diperoleh spektra tiap sampel (Junaedi, 2012; Nurfitriyana, 2020).

### Identifikasi KLT

Uji Flavonoid menggunakan fase gerak n-heksan : etil asetat (7 : 3), Terpenoid dengan benzene etil asetat (9 : 1), dan tanin dengan metanol : etil asetat (9 : 1). Tablet digerus menggunakan stamper sampai halus. Ekstrak dan tablet ditotolkan di plat silika GF254 menggunakan pipa kapiler dan keringkan. Kembangkan plat dalam bejana KLT. Pola noda yang terbentuk diamati di bawah lampu UV 254 nm dan 366 nm, dan penampak noda AlCl<sub>3</sub> (uji flavonoid), H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10% dalam metanol (uji terpenoid), dan FeCl<sub>3</sub> 5% dalam etanol (uji tanin) (Ajaiyeoba, 2002).

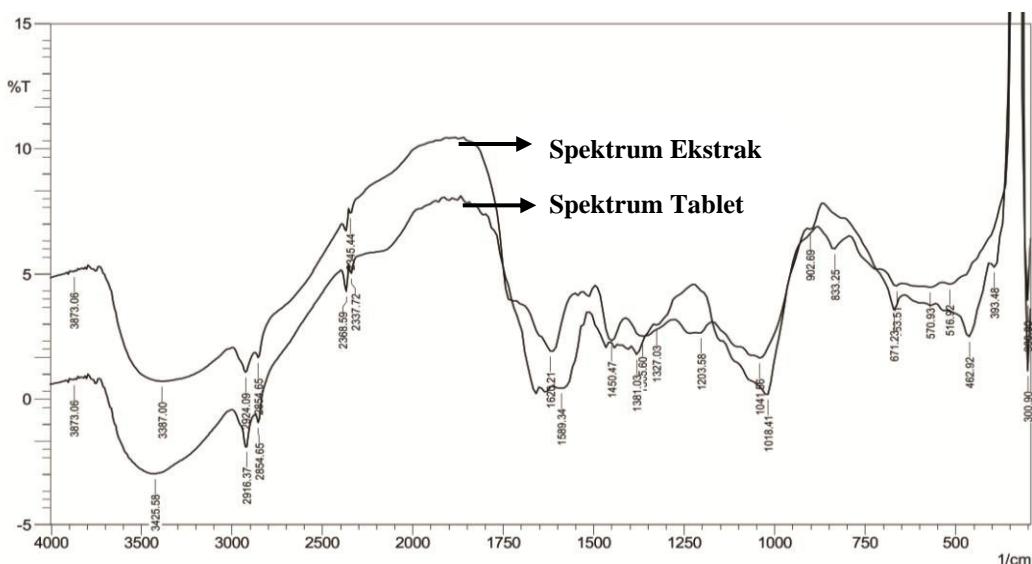
## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Studi Interaksi Kimia dengan FTIR

Evaluasi hasil pengujian dengan FTIR bertujuan untuk mengetahui kemungkinan terjadinya interaksi kimia antara ekstrak sebagai bahan aktif dengan polimer (HPMC-K4M dan kitosan) (Adikusumo, 2015). Hasil pengujian FTIR dapat diketahui dengan mengidentifikasi karakteristik bilangan gelombang ekstrak tunggal dan sediaan tablet. Apabila hasil evaluasi FTIR tidak menunjukkan adanya pergeseran pita serapan yang tajam (fluktuasi) pada panjang gelombang ekstrak, maka tidak adanya interaksi gugus fungsi yang dapat mempengaruhi efek terapi ekstrak (Mufidah, 2015).

Penurunan intensitas bukan merupakan indikasi terjadinya interaksi

kimia. Terjadinya interaksi kimia jika terdapatnya puncak baru yang mengindikasi adanya gugus fungsi baru yang terbentuk antara ekstrak dengan polimer. Berdasarkan tabel 2, pola pita gugus fungsi yang terdapat di ekstrak dan pola pita yang terdapat di tablet tidak mengalami perubahan bilangan gelombang yang tidak signifikan sehingga, gugus fungsi yang terdapat di ekstrak masih sama dengan gugus fungsi yang terdapat di tablet. Tidak terjadinya interaksi secara kimia antara ekstrak dengan polimer kitosan dan HPMC-K4M ditunjukkan dengan spektrum inframerah tablet ekstrak daun petai memberikan puncak dan bilangan gelombang yang hampir sama dengan ekstrak (Anggraini, 2011).



Gambar 1. Spektrum IR ekstrak dan tablet ekstrak daun petai

Tabel 2 Analisa gugus fungsi pada spektrum IR

No	Ekstrak		Tablet	
	Bilangan gelombang	Gugus dugaan	Bilangan gelombang	Gugus dugaan
1	570,93 – 833,25	Aromatik tersbstitusi	671-902,69	Aromatik tersbstitusi
2	1041,56	C-O	1018,41	C-O
3	1365 - 1460	CH <sub>2</sub> , CH <sub>3</sub>	1327,03 – 1381,03	CH <sub>2</sub> , CH <sub>3</sub>
4	1620,21	C=C	1589, 34	C=C
5	2854,65 - 2924,09	CH alifatik	2854,65 – 2916,37	CH alifatik

### Identifikasi KLT (Kromatografi Lapis Tipis) Ekstrak dan Tablet

Identifikasi senyawa dilakukan dengan lampu UV dan reaksi penampak noda. Identifikasi flavonoid ekstrak

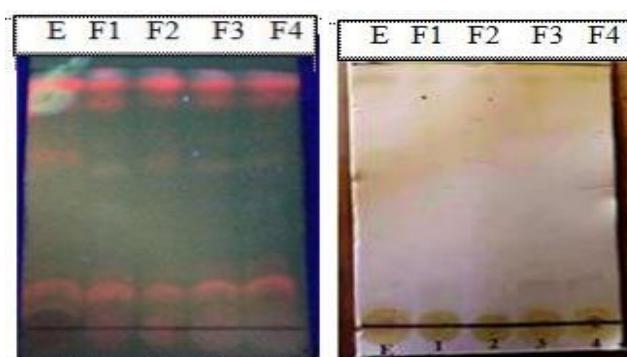
kekuningan menunjukkan senyawa flavonoid adanya. Warnadihasilkan oleh reaksi kompleks antara gugus hidroksi atom C-3 dan C-5 yang membentuk kompleks dengan AlCl<sub>3</sub> (Waji, 2009).

Identifikasi tanin menggunakan fase gerak metanol : etil asetat (9 : 1) yang bersifat polar. Uji penampak noda tanin menggunakan FeCl<sub>3</sub> 5% diperoleh noda berwarna hijau kehitaman membuktikan adanya senyawa tanin. Terjadinya pembentukan warna dikarenakan terbentuknya kompleks antara logam Fe dan tanin. Senyawa kompleks

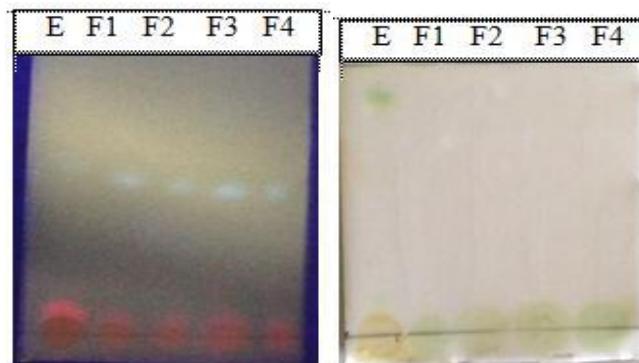
dan tablet menggunakan fase gerak n-heksan : etil asetat (7:3) (Syahril, 2015). Uji penampak noda menggunakan AlCl<sub>3</sub> diperoleh warna hijau

terbentuk karena adanya ikatan kovalen koordinasi antara ion (ion hidroksi pada tanin) dengan atom non logam (Fe) (Mulyani, 2011).

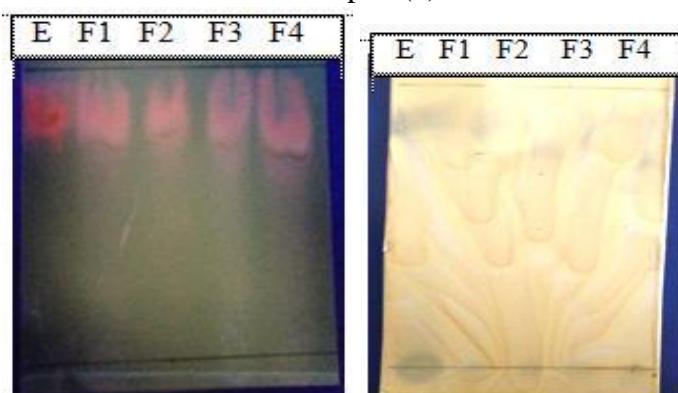
Identifikasi terpenoid menggunakan fase gerak benzen : etil asetat (9:1). Uji penampak noda menggunakan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10%. Warna yang dihasilkan berupa warna hijau kuningan. Terjadinya pembentukan warna dikarenakan oksidasi melalui ikatan rangkap terkonjugasi. Gugus asetil pada terpen terlepas sehingga terbentuk ikatan rangkap yang disusul pelepasan gugus hidrogen beserta elektronnya, mengakibatkan ikatan berpindah (Setyowati, 2014).



Gambar 2 Pola noda ekstrak dan tablet di bawah lampu UV (a) dan penampak bercak senyawa flavonoid (b)



Gambar 3 Pola noda ekstrak dan tablet di bawah lampu UV (a) dan penampak bercak senyawa terpen (b)



Gambar 4.. Pola noda ekstrak dan tablet di bawah lampu UV (a) dan penampak bercak senyawa tanin (b)

## KESIMPULAN

Tablet dan ekstrak daun petai mengandung senyawa flavonoid, tanin dan terpen. Tidak terjadi interaksi kimia antara polimer HPMC-K4M dan Kitosan dengan ekstrak yang dibuktikan dengan tidak terbentuknya gugus fungsi baru antara ekstrak dan polimer

## DAFTAR PUSTAKA

- Ajaiyeoba, E.O. (2002). Phytochemical and antibacterial properties of *Parkia Biglobosa* and *Parkia Bicolor* leaf extracts. *Afr J Blomed Res.* 5(1):125-129.
- Al-Batran, R.A., Fouad, A.B., Mazen, M.J.A.O., Abdurahman, M.A., Hamid, A.H., Hapipah, M.A. (2013). In vivo antioxidant and antiulcer activity of *Parkia speciosa* ethanolic leaf extract against ethanol-induced gastric ulcer in rats. *Int J.Pharm.* 8(5) :113-115
- Anggarrini, D.G.W. (2015). Optimasi Hidrosil propil metil selulosa dan carbopol pada tablet glicazide sistem floating- mucoadhesive menggunakan desain faktorial. *Skripsi*, S.Farm, Farmasi, Farmasi, Universitas Jember, Jember.
- Hasyim, N., Mirawati, M. & Sri, S. (2012). Pengembangan formulasi tablet matriks gastroretentive floating dari amoksisilin trihidrat. *Majalah Farmasi dan Farmakologi*, 16(3):131-136.
- Harmita. (2006) Analisis Fisika Kimia, Departemen Farmasi FMIPA-UI, Jakarta
- Kadajji, V.G. & Guru, V.B. (2011). Water soluble polymers for pharmaceutical applications. *Int J*

- Pharm Sci*, 3(1):1972-2009.
- Junaedi, (2012). 'Preparasi dan karakterisasi eksipien koproses karagenan (Kappa dan Jota) dengan pregelatinasi pati singkong propionat sebagai eksipien dalam sediaan tablet mengapung famotidin', *Tesis*, M.Farm., MIPA, Universitas Indonesia, Depok, Indonesia
- Mufidah, I. (2014). Optimasi polimer hidroksipropil metilselulosa K4M dan polivinilpirolidon K30 pada sediaan patch dispersi padat meloksisam, *Skrripsi*, S.Farm., Farmasi, Farmasi, Universitas Jember, Jember, Indonesia.
- Mulyani, S., Toga L. (2011). Analisis flavonoid dan tannin dengan metoda mikroskopi dan mikrokimiawi. *Majalah Obat Tradisional*, 16(3):109-114.
- Nurfitriyana., Harmita., Iskandarsyah. (2020). Analysis of Lynestrenol in Human Plasma In Vitro by High Performance Liquid Chromatography UV-VIS: Euporean Medicines Agency Guidelines. *Int J Pharm & Pharmaceutical Sci*, 12(5): 2020: 80-84
- Nurfitriyana, N., Harmita., Iskandarsyah. (2020). In Vitro Study of transfersomal Gel Preparation Containing Lynestrenol as a Transdermal Drug Delivery System. *Intertional Journal of Applied Pharmaceutics*. 12(1):242-244
- Samal, S.K., Dash, M., Van, V.S., Kaplan, D.L., Chiellini, E., Van, B.C., *et al.* (2012). *Cationik polimer and their therapeutic potensial*. London : Inggris
- Setyowati, W.A.E., Sri, R.D.A., Ashadi, Bakti M., & Cici, P.T. 21 Juni 2014, *Skrining fitokimia dan identifikasi komponen utama ekstrak metanol kulit durian (Durio zibethinus Murr) varietas petruk*, Makalah disajikan pada Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia IV, Surakarta.
- Ulfah, R.M. (2015). 'Optimasi hydroxypropyl methylcellulose dan chitosan pada tablet floating-muchoadhesive glicazide metode desin faktorial', *Skrripsi*, S.Farm., Farmasi, Farmasi, Universitas Jember, Jember, Indonesia.
- Waji, R.A. (2009). Flavonoid (Quersetin) Kimia Organik Bahan Alam. Universitas Hasanudin, Makasar.