



Praktikum Blok 7 P1

# Pembuatan Ekstrak

LS



# Tujuan Praktikum

1. Mengetahui dan memahami berbagai macam metode ekstraksi, seperti maserasi, infundasi, soxhletasi, dan destilasi
2. Memperoleh ekstrak kental dan menghitung hasil rendemen ekstrak
3. Menghitung nilai  $R_f$  pada identifikasi senyawa menggunakan KLT

615.1  
Ind  
f



# FARMAKOPE HERBAL INDONESIA

EDISI II

2017

## **EKSTRAK KENTAL RIMPANG KENCUR** ***Kaempferiae Galangae Rhizomae Extractum Spissum***

Ekstrak kental rimpang kencur adalah ekstrak yang dibuat dari rimpang tumbuhan *Kaempferia galanga* L., suku Zingiberaceae, mengandung minyak atsiri tidak kurang dari 7,93% v/b dan/atau etil-*p*-metoksisinamat tidak kurang dari 4,30%.

**Pembuatan Ekstrak** <311>

**Rendemen** Tidak kurang dari 8,3%  
Gunakan *etanol P* sebagai pelarut.

**Identitas Ekstrak**

**Pemerian** Ekstrak kental; warna cokelat tua; bau khas; rasa pedas dan tebal di lidah.

**Senyawa identitas** Etil-*p*-metoksisinamat

**Kadar air** <83> Tidak lebih dari 10%

**Abu total** <81> Tidak lebih dari 0,5%

**Abu tidak larut asam** <82> Tidak lebih dari 0,2%

**Kandungan Kimia Ekstrak**

**Kadar minyak atsiri** Tidak kurang dari 7,93% v/b

Lakukan penetapan kadar sesuai dengan *Penetapan Kadar Minyak Atsiri* <71>.

**Kadar etil-*p*-metoksisinamat** Tidak kurang dari 4,30%

Lakukan penetapan kadar dengan cara *KLT Densitometri* seperti tertera pada *Kromatografi* <61>, menggunakan:

*Fase gerak Toluena P- etil asetat P* (95:5)

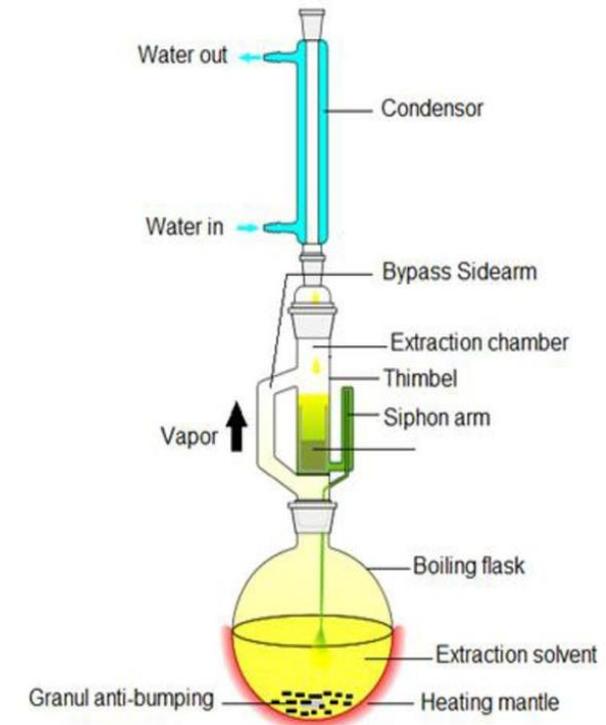
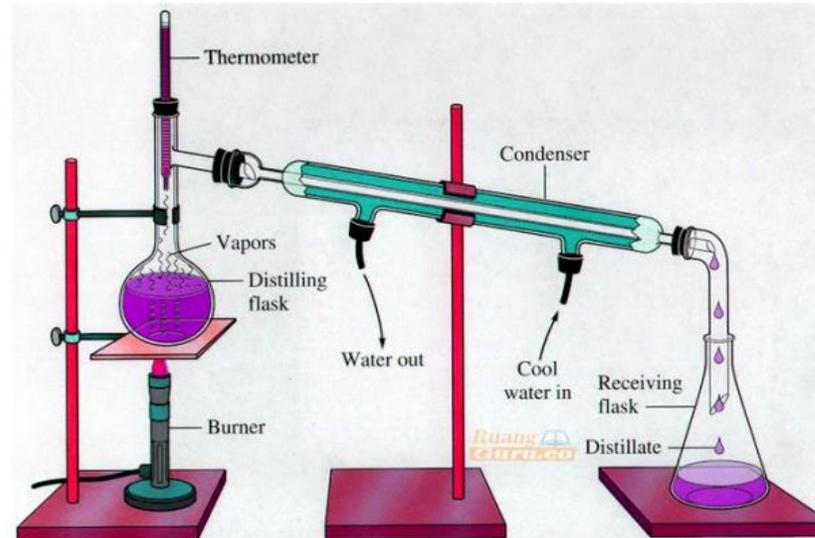
*Larutan uji* Timbang saksama lebih kurang 50 mg ekstrak, masukkan ke dalam tabung reaksi, larutkan dalam 25 mL *etanol P*, saring ke dalam labu tentukur 50-mL, bilas kertas saring dengan *etanol P* dan tambahkan *etanol P* sampai tanda.

# Ekstraksi vs Ekstrak

- **Ekstraksi** merupakan proses penyarian senyawa kimia yang terdapat di dlm bahan alam atau dari dlm sel dg menggunakan pelarut dan metode yang tepat
- **Ekstrak** adalah sediaan kering, kental atau cair dibuat dengan menyari simplisia nabati menurut cara yang cocok, di luar pengaruh cahaya matahari langsung (FHI 2017)

# Metode Ekstraksi?

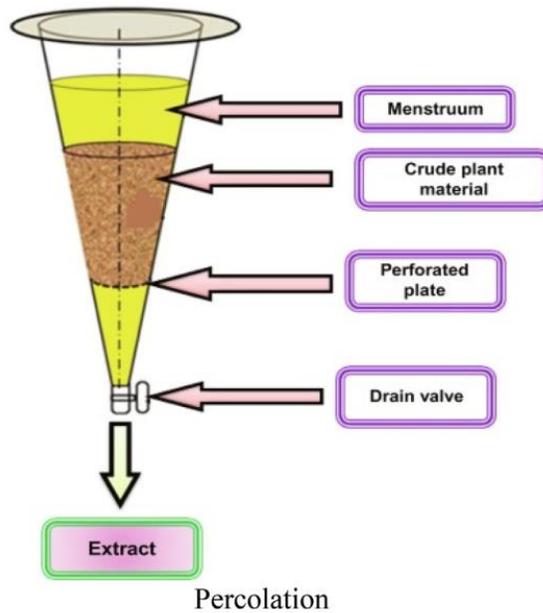
1. Cara dingin: Maserasi, Perkolasi
2. Cara panas: Reflux, soxhletasi, infundasi, dekoksi





## Maserasi

- Merupakan metode konvensional dengan cara merendam serbuk simplisia dalam pelarut/solvent
- Dapat digunakan pada simplisia yang mengandung senyawa termolabil
- Durasi ekstraksi panjang & tidak efisien



## Perkolasi

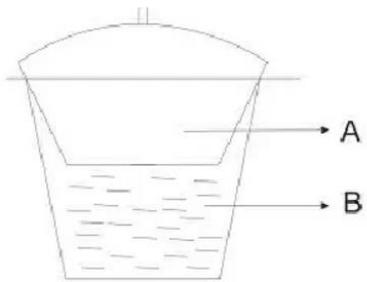
- Merupakan metode konvensional menyerupai maserasi yang memungkinkan ekstraksi secara kontinu karena solven yang tersaturasi terganti secara konstan oleh solven baru
- Metode ini lebih efisien dibandingkan maserasi dan sudah dilengkapi dengan filter



Decoction

## Dekoksi

- Merupakan metode ekstraksi konvensional dengan cara mendidihkan serbuk simplisia dalam air dalam durasi yang singkat
- Hasil ekstraksi yang didapat adalah kandungan yang bersifat polar
- Metode ini sesuai untuk ekstraksi senyawa tahan panas dan larut air



A= panci bahan dan aquadest  
B= tangas air

Dengan kedudukan demikian panci yang berisi bahan tidak langsung berhubungan dengan api



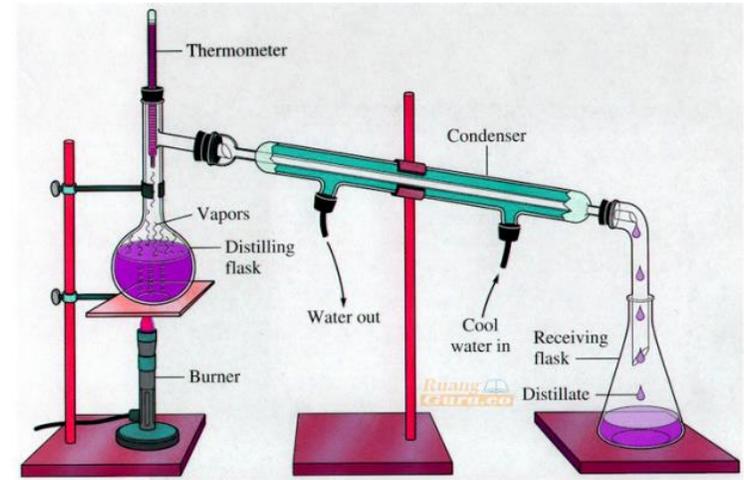
## Infundasi/Infusa

- Merupakan metode pembuatan sediaan cair infusa. Infusa diperoleh dengan menyari serbuk simplisia pada suhu 90 derajat selama 15 menit.
- Metode ini sesuai untuk ekstraksi senyawa tahan panas dan larut air

Gambar 4. Konsep alat Infundasi

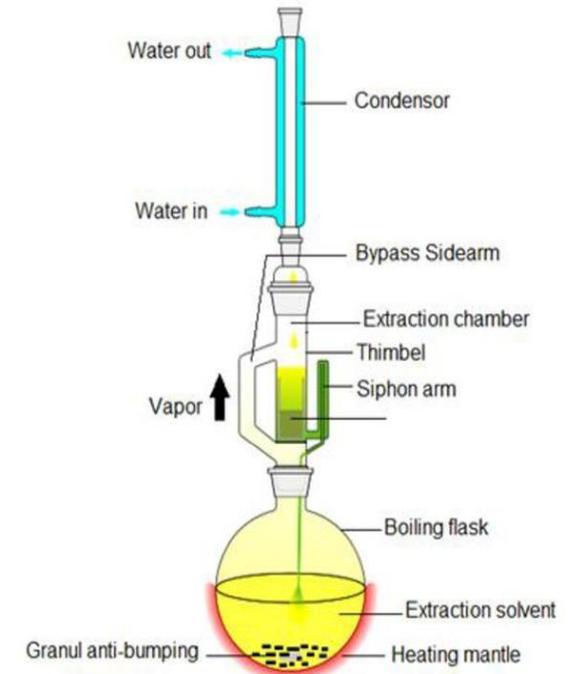
# Destilasi

- Merupakan metode ekstraksi cara panas dengan menggunakan air (destilasi air) atau uap air (destilasi uap air) untuk proses ekstraksinya
- Umumnya metode ini digunakan untuk ekstraksi minyak atsiri (volatil)



# Soxhletasi

- Soxhletasi merupakan metode ekstraksi menggunakan sistem reflux yang dapat menyari simplisia nabati secara otomatis dan terus menerus.
- Metode ini menghasilkan proses ekstraksi yang efisien, menghemat solvent, dgn durasi lebih cepat dibandingkan maserasi/perkolasi
- Metode ini sesuai untuk ekstrasi senyawa tahan panas



## Ultrasonic-assisted extraction (UAE)

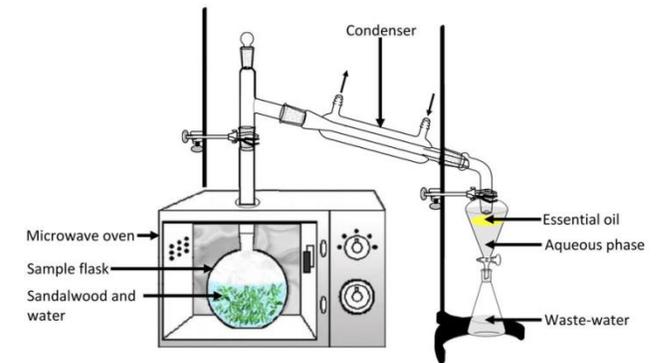
- Memanfaatkan gelombang energi ultrasonic untuk ekstraksi
- Gelombang ultrasonic memicu kavitasi (*microbubble*) sehingga memfasilitasi disolusi dan difusi solute serta transfer panas sehingga ekstraksi mj d efisien



Ultrasonic assisted extraction (UAE)

## Microwave-assisted extraction (MAE)

- Microwave menghasilkan panas dgn cara berinteraksi dg senyawa polar pada simplisia spt air dan komponen organik
- Microwave dapat memfasilitasi proses ekstraksi dgn mentransfer sejumlah panas yg setara dr segala arah sehingga ekstraksi mj d efisien



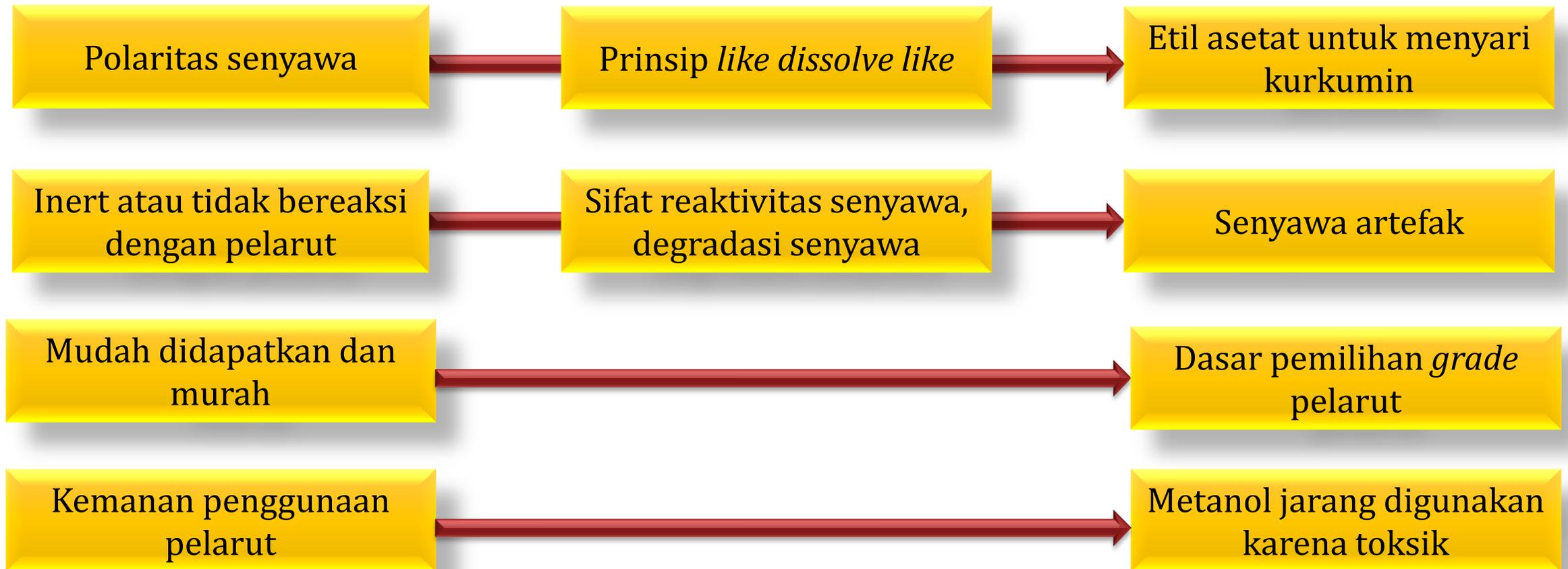
Microwave assisted extraction (MAE)

Method	Solvent	Temperature	Pressure	Time	Volume of organic solvent consumed	Polarity of natural products extracted
Maceration	Water, aqueous and non-aqueous solvents	Room temperature	Atmospheric	Long	Large	Dependent on extracting solvent
Percolation	Water, aqueous and non-aqueous solvents	Room temperature, occasionally under heat	Atmospheric	Long	Large	Dependent on extracting solvent
Decoction	Water	Under heat	Atmospheric	Moderate	None	Polar compounds
Reflux extraction	Aqueous and non-aqueous solvents	Under heat	Atmospheric	Moderate	Moderate	Dependent on extracting solvent
Soxhlet extraction	Organic solvents	Under heat	Atmospheric	Long	Moderate	Dependent on extracting solvent
Pressurized liquid extraction	Water, aqueous and non-aqueous solvents	Under heat	High	Short	Small	Dependent on extracting solvent
Supercritical fluid extraction	Supercritical fluid (usually S-CO <sub>2</sub> ), sometimes with modifier	Near room temperature	High	Short	None or small	Nonpolar to moderate polar compounds
Ultrasound assisted extraction	Water, aqueous and non-aqueous solvents	Room temperature, or under heat	Atmospheric	Short	Moderate	Dependent on extracting solvent
Microwave assisted extraction	Water, aqueous and non-aqueous solvents	Room temperature	Atmospheric	Short	None or moderate	Dependent on extracting solvent
Pulsed electric field extraction	Water, aqueous and non-aqueous solvents	Room temperature, or under heat	Atmospheric	Short	Moderate	Dependent on extracting solvent
Enzyme assisted extraction	Water, aqueous and non-aqueous solvents	Room temperature, or heated after enzyme treatment	Atmospheric	Moderate	Moderate	Dependent on extracting solvent
Hydro distillation and steam distillation	Water	Under heat	Atmospheric	Long	None	Essential oil (usually non-polar)

# Ekstraksi yg Efisien?

1. Pelarut, proses ekstraksi akan lebih baik pada pelarut dengan polaritas yang sama dengan solute yakni “Like-dissolves-like”
2. Ukuran partikel bahan, semakin kecil ukuran partikel bahan, semakin besar luas permukaan penetrasi solven dan difusi solute
3. Temperatur, semakin tinggi temperature akan meningkatkan solubilitas dan difusi. Akan tetapi, temperature yang terlalu tinggi menyebabkan solven menguap dan dekomposisi komponen termolabil
4. Durasi, semakin lama durasi, semakin tinggi hingga mencapai ekuilibrium jumlah solute di dalam dan di luar bahan
5. Rasio solven-solid, semakin besar nilai rasio, semakin besar jumlah hasil ekstraksi yg diperoleh. Akan tetapi, rasio terlalu tinggi menyebabkan ekstraksi berlebih dan durasi yg lebih lama.

# Dasar-dasar Pemilihan Pelarut dlm Ekstraksi



# Metode Pembuatan Ekstrak

1. Maserasi (Ekstraksi rimpang kencur dg EtOH 70%)
2. Infundasi (Infundasi daun sambiloto)
3. Destilasi (demo)
4. Soxhletasi (demo)

# 1. Maserasi (Ekstrak EtOH Rimpang Kencur)

- Alat:

1. Bejana
2. Kertas saring
3. Corong
4. Erlenmeyer
5. Beker glass
6. Batang pengaduk
7. Cawan perselen
8. Waterbath

- Bahan:

1. Serbuk rimpang kencur (Kaempferia Galanga L. Rhizoma)
2. Etanol 70%

5x24 jam

## H-5 praktikum: maserasi

Simplisia dg derajat halus dibasahi dengan etanol 70%



10 g simplisia rimpang kencur, disari dengan etanol 70% 100 mL (1:10)



Ditutup dan disimpan di tempat yang terlindung dari cahaya matahari dan pada suhu kamar, diaduk berulang

(5x24 jam)

## Hari H praktikum: pembuatan ekstrak kental

Disaring dg kertas saring untuk memperoleh filtrat jernih (maserat)

Hitung volume

Diambil 30 mL ekstrak cair, diuapkan di atas water bath (60 oC) untuk memperoleh ekstrak kental

Ditimbang dan dicatat bobot ekstrak kental.

Bobot ekstrak kental = .....

Dilarutkan dengan ~5 mL EtOH 70%

KLT (screening fitokimia)

# Perhitungan hasil rendemen

- % Rendemen =  $\frac{\text{Berat ekstrak yang didapat}}{\text{berat simplisia yang diekstraksi}} \times 100\%$
- % rendemen di FHI?

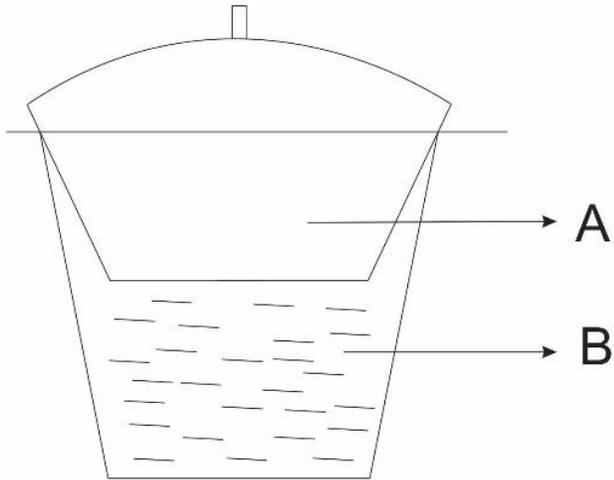
## 2. Infundasi (Infusa daun Sambiloto)

- Alat:

1. Panci infus
2. Termometer
3. Corong besar
4. Erlenmeyer 50 dan 100 mL
5. Batang pengaduk
6. Kertas saring
7. Penangas air (bejana + kompor)

- Bahan:

1. Serbuk daun Sambiloto  
(*Andrographis Paniculata*  
Folium)
2. Aquadest



A= panci bahan dan aquadest  
B= tangas air  
Dengan kedudukan demikian panci yang berisi bahan tidak langsung berhubungan dengan api

40 g serbuk daun Sambiloto direndam sepenuhnya dlm 240 mL akuades di panci A (1:6)



Dipanaskan panci A pd suhu 90 oC selama 15 menit, diaduk sesekali (Panci A ditutup)

Disaring dg kertas saring



Hitung volume

Lakukan seperti sebelumnya untuk memperoleh ekstrak kental

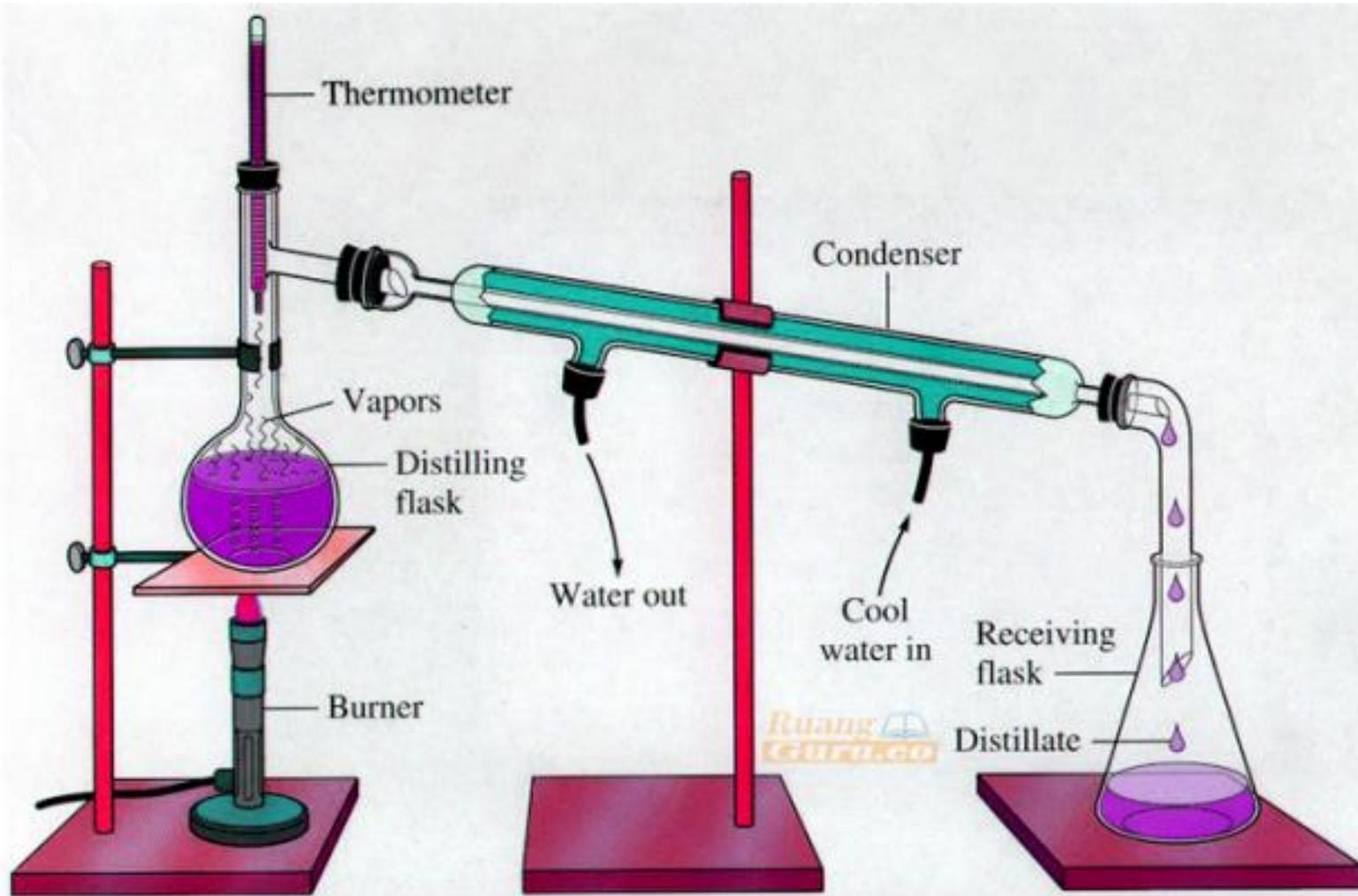
## 3. Destilasi (Demo)

- Alat:

1. Alat destilasi
2. Sistem air

- Bahan:

1. Bunga cengkeh kering  
(*Syzygium Aromaticum Flos*)
2. Akuades



150 g bunga cengkeh kering dan 300 mL akuades dimasukkan ke dlm labu destilasi leher 3 (1:2)

Rangkai seperangkat alat destilasi, nyalakan saluran air untuk memfasilitasi kondensasi

Destilasi selama 8 jam, hasil dipisahkan dg corong pisah

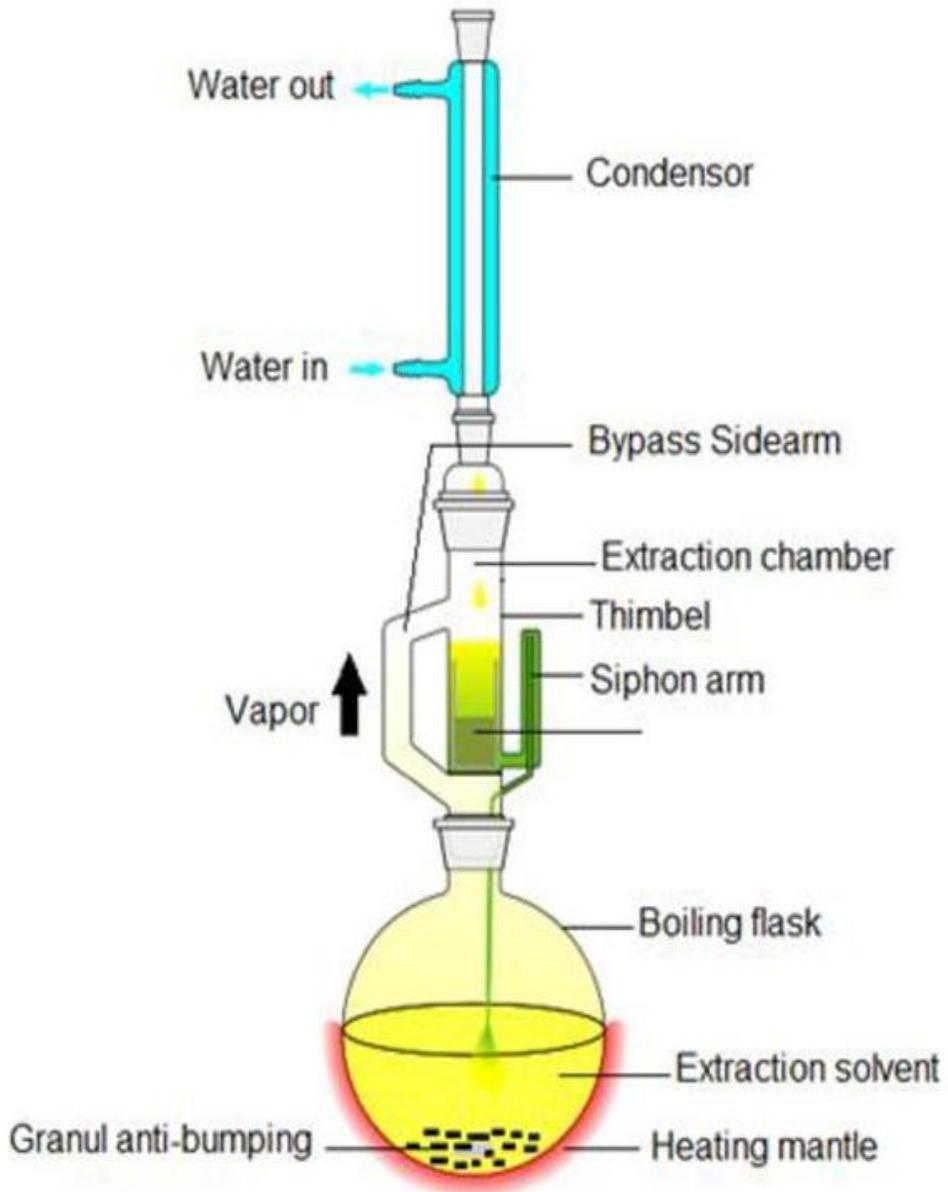
## 4. Soxhletasi (Demo)

- Alat:

1. Alat soxhlet
2. Kompor listrik
3. Kertas saring

- Bahan:

1. Serbuk rimpang temulawak (Curcuma xanthorrhiza Roxb. Rhizoma)
2. Etanol 95%



Bungkus 50 gr simplisia rimpang kunyit menggunakan kertas saring

Dimasukkan ke dlm kolom kaca alat Soxhlet

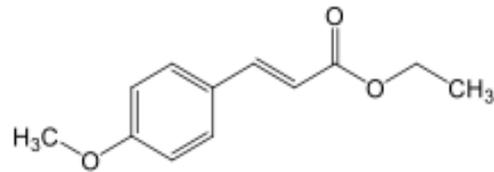
Dialirkan sistem dengan pelarut Etanol 95% 250 mL

Ditunggu hingga 20-25 sirkulasi (hingga pelarut jernih)

Filtrat dlm bejana penampung diuapkan hingga kental

# Skrining Fitokimia dg Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

**Senyawa identitas** Etil *p*-metoksisinamat  
Struktur kimia:



Etil *p*-metoksisinamat

## **Pola kromatografi**

Lakukan *Kromatografi lapis tipis* seperti tertera pada *Kromatografi <61>* dengan parameter sebagai berikut:

Fase gerak	: Toluena <i>P</i> -etil asetat <i>P</i> (95:5)
Fase diam	: Silika gel 60 <i>F</i> <sub>254</sub>
Larutan uji	: 10% dalam etanol <i>P</i> , gunakan Larutan uji KLT seperti tertera pada <i>Kromatografi &lt;61&gt;</i>
Larutan pembanding	: Etil <i>p</i> -metoksisinamat 0,1% dalam etanol <i>P</i>
Volume penotolan	: 20 µL Larutan uji dan 2 µL Larutan pembanding
Deteksi	: UV <sub>254</sub>

- Thin layer chromatography (TLC) atau KLT dapat dilakukan untuk karakterisasi konstituen fitokimia pada ekstrak/campuran non-volatil
- Prinsip TLC adalah separasi konstituen fitokimia berdasarkan perbedaan afinitas konstituen terhadap fase diam & fase gerak

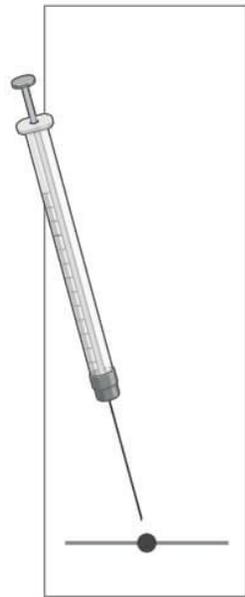
# Thin Layer Chromatography

## Stationary Phase

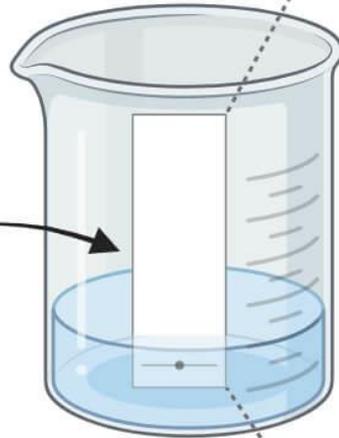
Sample spotted on TLC plate

## Mobile Phase

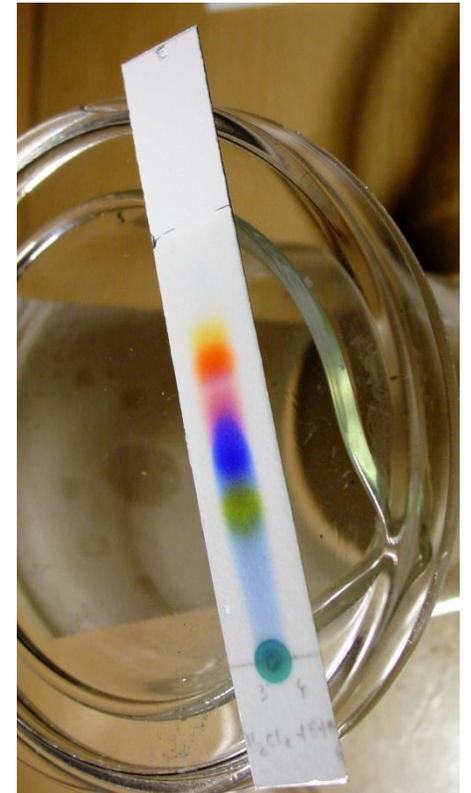
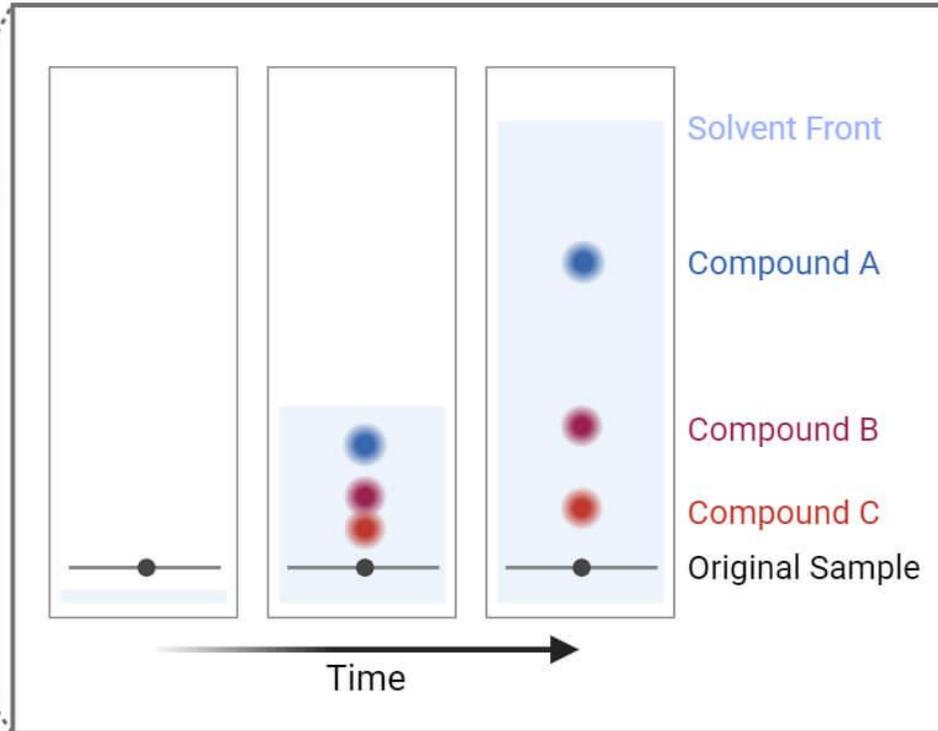
Compounds separated based on their polarity over time



TLC Plate

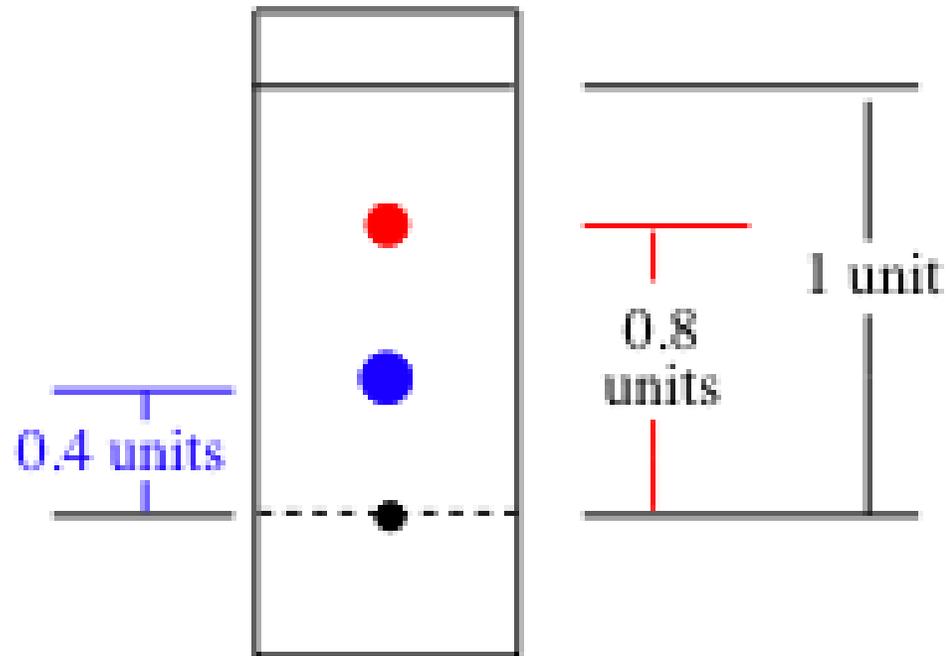


TLC Chamber



# Menghitung Retention Factor (Rf)

Determining Rf Values:



$$R_f = \frac{\text{distance molecule traveled}}{\text{distance solvent traveled}}$$

$$R_f = 0.4$$

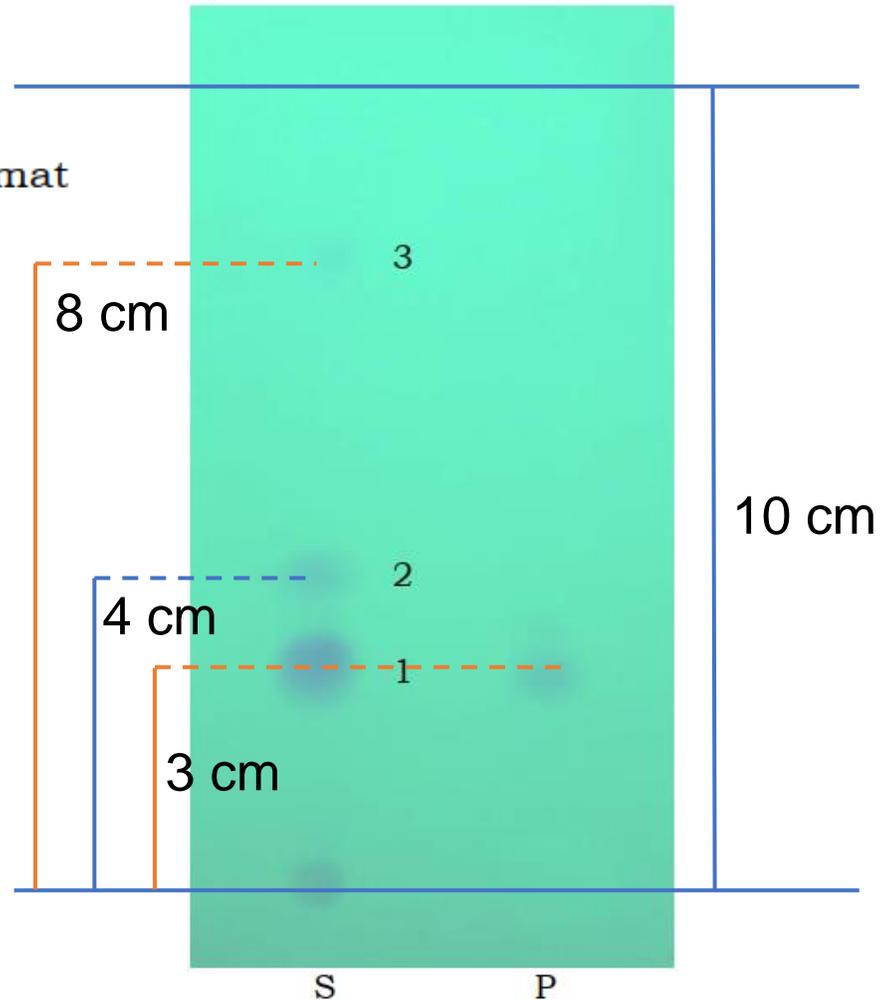
$$R_f = 0.8$$

# Berapakah nilai Rf?

Keterangan:

S: Simplisia rimpang kencur

P: Pembanding etil *p*-metoksisinamat



- Berapa nilai Rf senyawa pembanding?
- Berapa Rf S1?
- Berapa Rf S2?
- Berapa Rf S3?



**THANK  
YOU**

# Data Praktikum

1. %rendemen maserasi
2. %rendemen infundasi
3. Nilai Rf dari plat KLT

# Hitung nilai Rf

- Sampel:

Am= Ekstrak etanol biji *Annona muricata*

Pn = Ekstrak etanol buah *Piper nigrum*

- Standar pembanding

pAG = indikator senyawa acetogenin

Triolein = indikator senyawa TAGs

Piperin = indikator senyawa piperamide

Hitung nilai Rfnya standar pembanding.

Tentukan apakah ekstrak etanol keduanya mengandung acetogenin, TAG, dan piperamide! (pembahasan)

