

PEMANTAUAN PROSES EKSTRAKSI *Curcuma xanthorrhiza* Roxb. DENGAN METODE REFRAKTOMETRI DAN GRAVIMETRI

Charlyna Veronika Puspitasari Pattymahu¹, Idha Kusumawati^{2,3*}, Dewi Isadiartuti²

¹Magister Ilmu Farmasi, Fakultas Farmasi, Universitas Airlangga

²Departemen Ilmu Kefarmasian, Fakultas Farmasi, Universitas Airlangga

³Pusat Riset Ethnomedicine and Indonesian Traditional Medicine Development (E-ITMeD), Fakultas Farmasi, Universitas Airlangga, Surabaya 60115, Jawa Timur, Indonesia

*Email: idha-k@ff.unair.ac.id

Artikel diterima: 2026-01-02; Disetujui: 2026-01-09

DOI: <https://doi.org/10.36387/jiis.2910>

ABSTRAK

Pemantauan proses (*in-process control*, IPC) yang cepat sangat krusial dalam ekstraksi rimpang temulawak (*Curcuma xanthorrhiza* Roxb.) untuk menjamin konsistensi mutu. Refraktometri berbasis nilai *Total Soluble Solids* (TSS) menawarkan alternatif IPC yang efisien, namun validitas kuantitatifnya terhadap rendemen gravimetri pada matriks hidroalkoholik memerlukan verifikasi sistematis. Penelitian ini bertujuan mengevaluasi korelasi antara profil TSS ($^{\circ}$ Brix) dan rendemen total padatan selama proses ekstraksi berbantuan ultrasonik (*Ultrasound-Assisted Extraction*) bertahap dari rimpang temulawak menggunakan pelarut etanol 70%. Ekstraksi dilakukan menggunakan sonikator *bath* (40 kHz, 120 W) secara bertahap (E1-E12) dengan interval pengambilan sampel setiap 30 menit selama 360 menit. Parameter fisikokimia dipantau melalui pengukuran nilai TSS ($^{\circ}$ Brix) dan dibandingkan dengan penetapan kadar total padatan secara gravimetri. Hubungan antar variabel dianalisis menggunakan uji korelasi Spearman dan regresi linear. Analisis menunjukkan korelasi Spearman yang sangat kuat antara nilai $^{\circ}$ Brix dan rendemen ($\rho = 0,984$; $p < 0,001$). Model regresi linier menghasilkan akurasi prediksi yang tinggi dengan nilai $R^2 = 0,986$, serta nilai galat yang rendah (MAE = 0,09% dan RMSE = 0,14%). Fase *plateau* stabil tercapai pada tahap E9-E12 dengan rendemen maksimal sebesar 8,31% pada nilai TSS 9,00 $^{\circ}$ Brix. Metode refraktometri terbukti valid sebagai instrumen IPC yang cepat dan reliabel untuk memantau proses ekstraksi ultrasonik rimpang temulawak, memberikan estimasi rendemen secara *real-time* yang sebanding dengan metode gravimetri konvensional.

Kata kunci: *Curcuma xanthorrhiza* Roxb., *In-process control*, Ekstraksi ultrasonik, Refraktometri, Gravimetri

ABSTRACT

Rapid *in-process control* (IPC) is essential in the extraction of *Curcuma xanthorrhiza* Roxb. rhizomes to ensure quality consistency. Refractometry based on Total Soluble Solids (TSS) offers an efficient IPC alternative; however, its quantitative validity relative to gravimetric yield in hydroalcoholic matrices requires systematic

verification. This study aimed to evaluate the correlation between TSS profiles (°Brix) and total solids yield during the stepwise ultrasound-assisted extraction (UAE) of C. xanthorrhiza rhizomes using 70% ethanol. Extraction was performed using a sonicator bath (40 kHz, 120 W) in a stepwise manner (E1-E12) with sampling intervals every 30 minutes up to 360 minutes. Physicochemical parameters were monitored via TSS values (°Brix) and compared with gravimetric total solids determination. The relationship between variables was analyzed using Spearman correlation and linear regression. The analysis demonstrated a strong Spearman correlation between °Brix values and yield ($\rho = 0.984$; $p < 0.001$). The linear regression model showed high predictive accuracy with an R^2 of 0.986, and low error rates (MAE = 0.09% and RMSE = 0.14%). A stable plateau phase was reached at stages E9-E12, achieving a maximum yield of 8.31% at a TSS value of 9.00 °Brix. The refractometric method is a valid, rapid, and reliable IPC tool for monitoring the ultrasonic extraction of C. xanthorrhiza, providing real-time yield estimation comparable to the conventional gravimetric method.

Keywords: *Curcuma xanthorrhiza Roxb., In-process control, Ultrasound-assisted extraction, Refractometry, Gravimetry*

PENDAHULUAN

Temulawak merupakan tanaman asli Indonesia dari famili *Zingiberaceae* yang telah dibudidayakan secara luas di kawasan Asia Tenggara sebagai bahan baku utama dalam pengobatan tradisional atau jamu. Pemanfaatan tanaman ini secara empiris untuk mengatasi berbagai keluhan seperti gangguan pencernaan, penyakit hati, artritis, dan infeksi telah didukung oleh bukti ilmiah yang mengonfirmasi adanya aktivitas farmakologis signifikan, meliputi khasiat sebagai anti-inflamasi, antimikroba, antioksidan, serta potensi sebagai agen antikanker dan hepatoprotektif (Rahmat *et al.*, 2021).

Dalam skala industri, proses ekstraksi menjadi tahap kritis untuk memisahkan ekstrak yang mengandung senyawa-

senyawa bioaktif dari matriks tanaman. Efisiensi proses ekstraksi tidak hanya menentukan rendemen produk akhir, tetapi juga berdampak langsung pada konsumsi pelarut, energi, dan waktu produksi. Oleh karena itu, penentuan titik akhir ekstraksi (*exhaustion point*) yang tepat menjadi kunci untuk mengoptimalkan efisiensi produksi tanpa mengorbankan kualitas ekstrak.

Dalam praktik produksi ekstrak herbal skala industri, penentuan kapan proses ekstraksi harus dihentikan merupakan keputusan operasional yang menentukan efisiensi keseluruhan proses. Jika ekstraksi dihentikan terlalu cepat, rendemen senyawa bioaktif yang diperoleh menjadi suboptimal dan berpotensi menyebabkan kerugian ekonomi. Sebaliknya, jika ekstraksi dilanjutkan melampaui titik jenuh

(*exhaustion point*), maka terjadi pemborosan pelarut, energi, dan waktu produksi tanpa peningkatan rendemen yang signifikan. Untuk mengatasi tantangan ini, industri memerlukan parameter *in-process control* (IPC) yang dapat memberikan informasi *real-time* mengenai perkembangan proses ekstraksi. Parameter IPC yang ideal harus memenuhi kriteria cepat, mudah dilakukan oleh operator produksi, ekonomis, serta mampu memberikan indikasi yang *reliable* terhadap kedekatan proses dengan *exhaustion point*. Ketersediaan parameter semacam ini akan memungkinkan pengambilan keputusan operasional yang lebih akurat dan terukur dalam menghentikan proses ekstraksi.

Refraktometer yang mengukur total padatan terlarut atau *Total Soluble Solids* dalam satuan derajat Brix ($^{\circ}\text{Brix}$) merupakan salah satu kandidat instrumen *in-process control* (IPC) yang menjanjikan. Metode ini telah distandardisasi secara internasional menurut AOAC 932.12 (Benavides Arévalo *et al.*, 2021) dan selaras dengan pedoman OECD (2018) untuk pengujian mutu dan kontrol proses produksi. Keunggulan utama refraktometer terletak pada kesederhanaan operasi, kecepatan pengukuran (hanya beberapa detik), dan tidak memerlukan preparasi sampel yang kompleks. Dalam konteks ekstraksi herbal, peningkatan nilai $^{\circ}\text{Brix}$

sepanjang proses ekstraksi diharapkan dapat mencerminkan akumulasi senyawa terlarut dalam pelarut, sehingga fase *plateau* pada kurva $^{\circ}\text{Brix}$ dapat diinterpretasikan sebagai indikator pendekatan terhadap *exhaustion point*. Kemajuan teknologi sensor optik juga telah memungkinkan integrasi refraktometer sebagai instrumen in-line dan at-line dalam sistem produksi otomatis (Jaywant *et al.*, 2022; Soares *et al.*, 2023) sehingga berpotensi mendukung implementasi konsep *Process Analytical Technology* (PAT) dalam industri ekstrak herbal.

Meskipun memiliki keunggulan praktis, validitas penggunaan $^{\circ}\text{Brix}$ sebagai indikator nilai TSS atau indikator total gula pada sistem ekstrak herbal yang kompleks perlu dievaluasi secara kritis. Prinsip kerja refraktometer didasarkan pada pengukuran indeks bias larutan, yang pada sistem sederhana (misalnya larutan sukrosa dalam air) memiliki korelasi linier dengan konsentrasi solut. Namun, pada matriks biologis yang multikomponen, nilai $^{\circ}\text{Brix}$ dapat dipengaruhi secara nonlinier oleh berbagai faktor.

Pada sistem hidroalkoholik seperti ekstrak etanol, keberadaan pelarut organik menimbulkan interferensi terhadap indeks bias yang sangat sensitif terhadap suhu dan komposisi (Soares *et al.*, 2023; Yaa'ri *et al.*, 2024). Lebih fundamental lagi,

refraktometer secara preferensial mendeteksi senyawa yang memiliki kontribusi signifikan terhadap perubahan indeks bias, terutama senyawa dengan berat molekul tinggi dan senyawa polar. Pada ekstrak rimpang temulawak yang mengandung campuran kompleks kurkuminoid, flavonoid, terpenoid, resin, dan komponen lainnya dengan karakteristik optik yang beragam, terdapat kemungkinan bahwa pembacaan °Brix tidak sepenuhnya merepresentasikan total massa senyawa terlarut (total padatan aktual). Implikasi dari keterbatasan ini adalah bahwa penggunaan °Brix sebagai parameter IPC memerlukan validasi terhadap metode pengukuran total padatan yang lebih komprehensif. Dalam konteks sistem hidroalkoholik etanol 70%, nilai °Brix yang terbaca pada mode standar bukan hanya fungsi konsentrasi zat terlarut, tetapi juga dipengaruhi oleh fraksi etanol dan kombinasi senyawa optik aktif, sehingga berpotensi menimbulkan bias terhadap estimasi total padatan aktual. Oleh karena itu, pemanfaatan parameter TSS sebagai parameter IPC pada ekstrak rimpang temulawak dalam penelitian ini didasarkan pada kalibrasi spesifik sistem terhadap pengukuran total padatan secara gravimetri.

Penetapan total padatan secara gravimetrik melalui penguapan pelarut dan penimbangan residu kering merupakan

metode rujukan yang diakui oleh *World Health Organization* (WHO) untuk pengujian mutu simplisia dan ekstrak obat tradisional (*World Health Organization*, 1998). Metode gravimetri mengukur seluruh massa padatan terlarut tanpa bias terhadap jenis senyawa tertentu, sehingga memberikan nilai rendemen sesungguhnya yang mencakup semua komponen ekstrak baik yang memiliki aktivitas optik maupun tidak. Dalam konteks ini, metode gravimetri berfungsi sebagai *gold standard* untuk memverifikasi apakah parameter IPC yang lebih cepat (seperti °Brix) memberikan informasi yang konsisten dengan rendemen aktual. Namun, metode gravimetri konvensional menggunakan oven membutuhkan waktu yang relatif lama (beberapa jam hingga *overnight*) dan menuntut pengendalian suhu yang ketat, sehingga kurang praktis untuk aplikasi IPC *real-time*.

Moisture content analyzer (MCA) yang menggabungkan prinsip gravimetri dan pemanasan inframerah terbukti mampu mempercepat penentuan kadar air. Pada penelitian oleh Rodhiyah *et al.* (2024) menunjukkan hasil yang sebanding dengan metode oven konvensional, namun dengan waktu analisis yang jauh lebih singkat ($\pm 2 - 10$ menit) dan koefisien determinasi yang lebih baik. Dengan perhitungan selisih, kadar padatan total ekstrak cair dapat

Pattymahu, dkk | 52

diestimasi dari kadar air menggunakan persamaan: total padatan (%) = 100 - kadar air (%) (Codex Alimentarius Commission, 2022). Estimasi ini berguna sebagai pemeriksaan cepat terhadap perubahan padatan total serta sebagai pembanding operasional saat menilai kewajaran nilai TSS (°Brix) dari refraktometer.

Berdasarkan uraian di atas, terdapat celah pengetahuan yang perlu dijumpai untuk memvalidasi penggunaan refraktometer sebagai alat IPC dalam proses ekstraksi rimpang temulawak. Penelitian-penelitian terdahulu cenderung menggunakan parameter TSS atau kadar air secara terpisah untuk karakterisasi produk akhir (Abd Rashid *et al.*, 2022; Brcina *et al.*, 2021; Benavides Arévalo *et al.*, 2021; Sun *et al.*, 2023), namun belum ada kajian sistematis yang memetakan profil dinamis kedua parameter tersebut secara paralel sepanjang tahapan proses ekstraksi berturut-turut. Berbeda dengan penelitian terdahulu yang umumnya melaporkan TSS atau kadar air/total padatan pada produk akhir, penelitian ini secara khusus memetakan profil dinamis paralel antara rendemen total padatan gravimetri dan nilai TSS (°Brix) pada setiap tahapan ekstraksi berturut-turut rimpang temulawak sebagai dasar penetapan sinyal *plateau* yang lebih objektif untuk keputusan *in-process control* titik akhir ekstraksi.

Selain itu, penelitian ini menyusun persamaan kalibrasi operasional spesifik untuk sistem ekstraksi rimpang temulawak - etanol 70% yang menghubungkan nilai TSS dengan rendemen total padatan gravimetri, sehingga nilai TSS dapat dimanfaatkan sebagai estimator kuantitatif rendemen dalam konteks IPC. Lebih spesifik lagi, pertanyaan kritis yang belum terjawab adalah: apakah pola perubahan nilai °Brix sepanjang proses ekstraksi menunjukkan kesesuaian (*alignment*) dengan pola perubahan total padatan gravimetrik, khususnya dalam mengidentifikasi fase *plateau* yang mengindikasikan pendekatan terhadap *exhaustion point*. Jika kedua profil menunjukkan tren yang konsisten dan sejajar, maka hal ini akan memberikan justifikasi ilmiah bagi penggunaan refraktometer sebagai *rapid monitoring tool* dengan dukungan verifikasi periodik menggunakan *moisture content analyzer*.

Oleh karena itu, penelitian ini bertujuan untuk: (1) menggambarkan profil total padatan yang diperoleh melalui *moisture content analyzer* dan nilai TSS (°Brix) yang diperoleh melalui refraktometer pada beberapa tahap ekstraksi berturut-turut rimpang temulawak; (2) mengevaluasi kesesuaian pola perubahan kedua parameter tersebut, khususnya dalam mendeteksi fase *plateau* yang menandai

kedekatan proses terhadap *exhaustion point*; dan (3) memberikan rekomendasi praktis mengenai pemanfaatan komplementer kedua instrumen dalam konteks IPC pada proses ekstraksi industri.

Secara khusus, penelitian ini memperkenalkan pemetaan profil dinamis paralel antara rendemen total padatan dan nilai TSS sepanjang dua belas tahapan ekstraksi sebagai dasar penetapan sinyal *plateau* yang terkalibrasi untuk keputusan penghentian proses ekstraksi rimpang temulawak, yang belum dilaporkan pada studi-studi sebelumnya.

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan dasar ilmiah bagi optimasi strategi pemantauan proses ekstraksi yang lebih efisien, terukur, dan konsisten dalam menjamin mutu ekstrak herbal.

METODE PENELITIAN

Bahan

Simplisia rimpang temulawak diperoleh dari PT. Herbacore, Jalan Legundi KM 32,5, Wringinanom, Kabupaten Gresik, Jawa Timur, aquadest (Interlab), etanol 96% (Merck).

Alat

Timbangan analitik (OHAUS PX224), sonikator (GT Sonic UC3LD), sentrifus (B-One DC 6015-12), refraktometer ATC (Amtast RHB-10ATC), *moisture content analyzer* (Amtast).

Prosedur Penelitian

Ekstraksi Temulawak

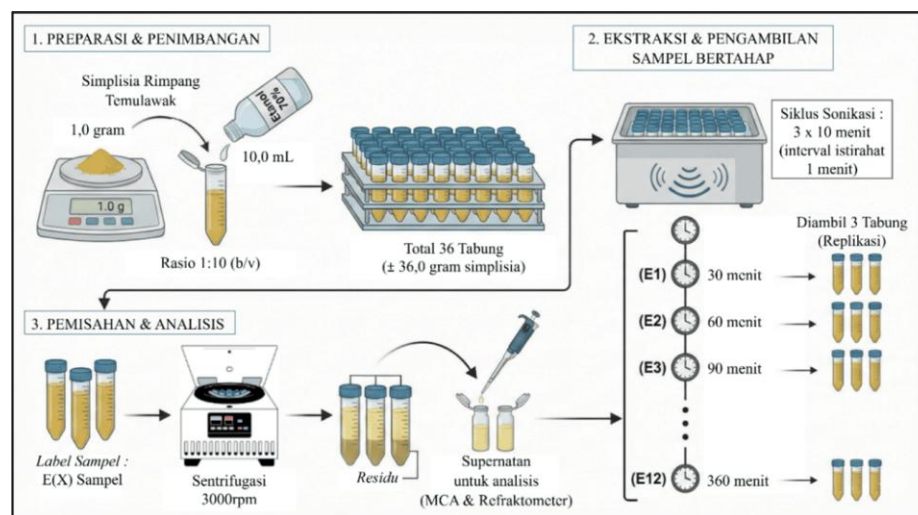
Sebanyak 1,0 g simplisia rimpang temulawak yang telah dihaluskan, kemudian dimasukkan ke dalam masing-masing 36 tabung sentrifus yang dibagi ke dalam 12 kelompok tahapan ekstraksi (E1-E12), masing-masing terdiri atas tiga tabung yang diperlakukan sebagai tiga replikasi independen ($n = 3$) pada titik waktu yang sama. Dengan demikian, setiap tahapan ekstraksi diwakili oleh tiga sampel supernatan yang diproses dan dianalisis secara terpisah.

Setiap tabung kemudian ditambahkan 10,0 mL etanol 70% sehingga diperoleh rasio bahan terhadap pelarut 1:10 (b/v). Ekstraksi dilakukan menggunakan metode ultrasonik selama 3×10 menit dengan interval istirahat 1 menit antarsegmen. Untuk memantau pola perubahan rendemen total padatan dan nilai TSS selama waktu ekstraksi, dilakukan pengambilan sampel secara triplo setiap 30 menit selama rentang waktu 30-360 menit (E1-E12). Ekstraksi dilakukan menggunakan sonikator *bath* dengan frekuensi operasi 40 kHz dan daya nominal 120 W dalam mode kontinu. Perangkat dilengkapi pengaturan suhu otomatis yang mempertahankan suhu *bath* pada sekitar 30-35 °C selama proses UAE, sehingga kenaikan suhu akibat energi ultrasonik dapat dikendalikan dan tidak

terjadi pemanasan berlebih pada sampel.

Setelah perlakuan ultrasonik sesuai interval masing-masing, selanjutnya tabung disentrifugasi pada kecepatan 3000 rpm selama 5 menit untuk memisahkan

supernatan dari residu. Sampel supernatan kemudian dipisahkan untuk analisis lebih lanjut. Tahapan lengkap prosedur ekstraksi dan titik pengambilan sampel (E1-E12) diilustrasikan pada Gambar 1.



Gambar 1. Skema metode ekstraksi rimpang temulawak.

Pengukuran Nilai TSS Menggunakan Refraktometer

Sebanyak 2-3 tetes supernatan hasil sentrifugasi diteteskan pada prisma sensor refraktometer. Pengukuran nilai TSS dilakukan menggunakan refraktometer (Amtast RHB-10ATC) dengan skala Brix standar yang dilengkapi *automatic temperature compensation* (ATC). Pengukuran dilakukan pada suhu ruang terkontrol sekitar 25 °C. Sampel yang diukur berupa supernatan etanol 70% hasil sentrifugasi tanpa proses evaporasi

pendahuluan, dengan interval waktu antara UAE, sentrifugasi, hingga pengukuran yang diseragamkan (± 5 menit) untuk meminimalkan variasi kadar pelarut. Nilai pada skala Brix diperlakukan sebagai sinyal optik yang kemudian dikalibrasi secara empiris terhadap rendemen total padatan gravimetri dalam sistem ekstraksi rimpang temulawak-etanol 70% ini.

Sebelum pengukuran, alat dikalibrasi setiap sesi menggunakan air suling (0 °Brix) sampai bacaan menunjukkan 0,00 °Brix. Setelah

setiap sampel diukur, prisma dibersihkan dengan tisu bebas serat dan dibilas air suling, kemudian dikeringkan sebelum sampel berikutnya diteteskan. Pengukuran dilakukan terhadap tiga replikasi independen untuk setiap tahapan ekstraksi ($n = 3$), dan hasil dicatat sebagai nilai rata-rata derajat Brix ($^{\circ}$ Brix).

Pengukuran Total Padatan Menggunakan *Moisture Content Analyzer*.

Sebanyak 3,0 mL sampel didistribusikan secara merata ke dalam cawan aluminium (*sample pan*) yang telah dikalibrasi pada alat *moisture content analyzer*. Sampel kemudian dipanaskan pada suhu 105 $^{\circ}$ C hingga tercapai kondisi massa konstan (sekitar 20 menit), dan alat mencatat massa residu kering sebagai massa padatan (m_{residu} , g). Untuk mendapatkan massa total padatan dalam seluruh volume ekstrak pada tiap tahapan, dilakukan langkah perhitungan sebagai berikut. Pertama, massa residu dari 3,0 mL sampel dikonversi menjadi konsentrasi padatan (mg/mL) dengan rumus :

$$\text{Konsentrasi Padatan (mg/mL)}$$

$$= \frac{m_{\text{residu}} \times 1000}{3,0}$$

Kedua, konsentrasi ini dikalikan dengan volume akhir ekstrak pada tahapan tersebut (V_{akhir} , mL) dan dikonversi kembali ke satuan gram, sehingga diperoleh massa total padatan ekstrak :

$$\text{Massa Total Padatan Ekstrak (mg/mL)} \\ = \frac{m_{\text{residu}} \times 1000}{3,0} \times \frac{V_{\text{akhir}}}{1000}$$

Secara matematis, persamaan di atas dapat disederhanakan menjadi :

$$\text{Massa Total Padatan Ekstrak (mg/mL)} \\ = m_{\text{residu}} \times \frac{V_{\text{akhir}}}{3,0}$$

Massa total padatan ekstrak (g) yang diperoleh kemudian digunakan untuk menghitung rendemen total padatan terhadap massa awal simplisia dengan persamaan :

$$\text{Rendemen (\%)} = \frac{\text{Massa Total Padatan (g)}}{\text{Massa Awal Simplisia (g)}} \times 100$$

Seluruh pengukuran dilakukan terhadap tiga replikasi independen untuk setiap tahapan ekstraksi ($n = 3$), dan hasilnya dinyatakan sebagai nilai rata-rata.

Analisis Data

Analisis data dilakukan pada dua belas tahapan ekstraksi (E1-E12; $n = 12$) menggunakan IBM SPSS Statistics. Data $n = 12$ merupakan nilai

rerata dari tiga replikasi pada setiap tahapan. Profil rendemen total padatan dan nilai TSS ($^{\circ}\text{Brix}$) dianalisis secara deskriptif dan divisualisasikan melalui grafik sumbu ganda (*dual-axis chart*) untuk mengidentifikasi pola perubahan serta fase mendatar (*plateau*) ekstraksi.

Selain analisis deskriptif, fase *plateau* didefinisikan secara operasional sebagai rentang tahapan ekstraksi ketika perubahan rendemen total padatan (Δ rendemen) dan/atau perubahan nilai TSS ($\Delta^{\circ}\text{Brix}$) antar dua tahap berturut-turut berada di bawah ambang 0,05% dan 0,10 $^{\circ}\text{Brix}$ selama sedikitnya tiga tahap berturut-turut (≥ 3 titik waktu). Untuk keperluan ini, Δ rendemen dan $\Delta^{\circ}\text{Brix}$ pada tahap E_i dihitung sebagai selisih nilai terhadap tahap sebelumnya E_{i-1} . Laju ekstraksi dihitung sebagai *slope* perubahan rendemen per 30 menit, dan proses dinyatakan melampaui titik henti praktis (*exhaustion point*) apabila *slope* rendemen turun hingga kurang dari 0,02% per 30 menit. Korelasi antara nilai $^{\circ}\text{Brix}$ dan rendemen dievaluasi menggunakan uji

rho Spearman (*two-tailed*; $\alpha = 0,05$). Selain analisis korelasi Spearman, hubungan kuantitatif antara nilai TSS ($^{\circ}\text{Brix}$) dan rendemen total padatan dimodelkan menggunakan regresi linier sederhana dalam konteks kalibrasi operasional. Model ini digunakan untuk menggambarkan hubungan fungsional pada rentang kondisi proses yang sempit dan terkontrol, sehingga tetap relevan walaupun data tidak sepenuhnya memenuhi asumsi normalitas, selama ketidakpastian parameter dan perilaku residu dievaluasi secara memadai.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Ekstraksi Rimpang Temulawak: Profil Rendemen Total Padatan dan TSS Selama Tahapan Ekstraksi

Data kuantitatif hasil ekstraksi rimpang temulawak, meliputi perolehan total padatan yang ditetapkan secara gravimetri dan nilai TSS yang diukur dengan refraktometer pada dua belas tahapan ekstraksi, disajikan secara rinci pada Tabel 1 dan Gambar 2.

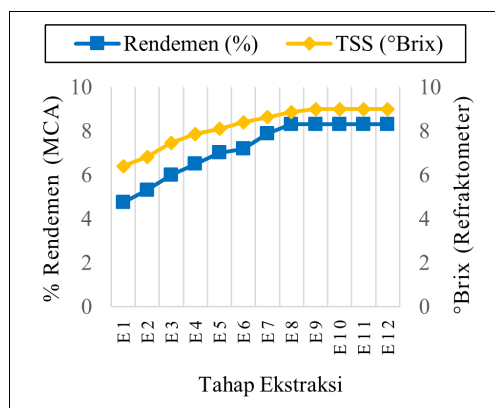
Tabel 1. Rendemen total padatan dan nilai TSS ($^{\circ}\text{Brix}$) ekstrak rimpang temulawak pada setiap tahapan ekstraksi (E1-E12)

Tahapan Ekstraksi	Rendemen Total Padatan (%) \pm SD	Δ Rendemen (%)	TSS ($^{\circ}\text{Brix}$) \pm SD	$\Delta^{\circ}\text{Brix}$
-------------------	-------------------------------------	-----------------------	--	-----------------------------

E 1	4,75 ± < 0,01	0	6,40 ± < 0,01	0
E 2	5,31 ± < 0,01	+ 0,56	6,83 ± 0,05	+ 0,43
E 3	6,01 ± < 0,01	+ 0,70	7,47 ± 0,11	+ 0,64
E 4	6,50 ± < 0,01	+ 0,49	7,87 ± 0,11	+ 0,40
E 5	7,01 ± < 0,01	+ 0,51	8,10 ± < 0,01	+ 0,23
E 6	7,19 ± < 0,01	+ 0,18	8,40 ± < 0,01	+ 0,30
E 7	7,90 ± < 0,01	+ 0,71	8,63 ± 0,05	+ 0,23
E 8	8,31 ± < 0,01	+ 0,42	8,87 ± 0,05	+ 0,24
E 9	8,31 ± < 0,01	0	9,00 ± < 0,01	+ 0,13
E 10	8,31 ± < 0,01	0	9,00 ± < 0,01	0
E 11	8,31 ± < 0,01	0	9,00 ± < 0,01	0
E 12	8,31 ± < 0,01	0	9,00 ± < 0,01	0

Keterangan:

- Nilai dinyatakan sebagai rata-rata ± standar deviasi (SD) dari tiga replikasi (n = 3) untuk setiap tahapan ekstraksi.
- Massa total padatan pada setiap tahapan diperoleh dengan mengonversi massa residu kering dari 3,0 mL sampel terhadap volume akhir ekstrak, kemudian dihitung sebagai rendemen (%) terhadap massa awal simplisia.



Gambar 2. Profil kenaikan rendemen total padatan dan nilai TSS selama dua belas tahap ekstraksi.

Hasil observasi menunjukkan adanya peningkatan massa yang signifikan pada fase awal ekstraksi (E1-E6), yang kemudian secara bertahap melandai hingga mencapai titik kesetimbangan pada tahap E9 hingga E12. Penerapan kriteria kuantitatif pada data Tabel 1 menunjukkan bahwa tahapan E9-E12 memenuhi definisi *plateau*, karena

seluruh nilai Δ rendemen tercatat sangat kecil (<0,05%) dan Δ °Brix <0,10 °Brix selama empat tahapan berturut-turut, sementara *slope* rendemen per 30 menit turun hingga <0,02%, sehingga perpanjangan durasi ekstraksi praktis tidak lagi memberikan peningkatan rendemen yang bermakna. Korelasi positif antara rendemen dan nilai °Brix mempertegas bahwa akumulasi total padatan sebanding dengan konsentrasi zat terlarut dalam etanol 70%, dan terbentuknya fase *plateau* pada E9-E12, dengan nilai rendemen sekitar 8,31% dan nilai TSS 9,00 °Brix yang konstan ($\Delta \approx 0$), mengindikasikan bahwa sistem telah mencapai titik jenuh (*exhaustion point*). Pola kurva yang diawali dengan kenaikan cepat

dan diakhiri dengan fase mendatar ini selaras dengan teori dasar perpindahan massa (*mass transfer*) (Treybal, 1981), di mana pada tahap awal gradien konsentrasi yang besar dan komponen permukaan yang mudah terlarut (*washing effect*) menyebabkan laju ekstraksi tinggi, sedangkan pada tahap lanjut peningkatan konsentrasi solut menurunkan gaya dorong ekstraksi. Pada titik akhir (E10-E12), kurva rendemen dan nilai TSS yang mendatar mencerminkan dominasi mekanisme difusi internal karena solut tersisa berada di bagian dalam matriks simplisia yang sulit dijangkau. Berdasarkan kriteria *plateau* dan laju ekstraksi tersebut, titik henti ekstraksi yang direkomendasikan adalah sekitar menit ke-240 (tahap E8), karena empat tahap berikutnya (E9-E12) hanya memberikan tambahan rendemen yang sangat kecil tetapi tetap memerlukan konsumsi waktu dan energi.

Analisis Korelasi Hubungan Rendemen Total Padatan dengan Nilai TSS (°Brix)

Evaluasi keterkaitan kuantitatif antara nilai TSS (°Brix) dan rendemen total padatan selama dua belas tahapan ekstraksi (E1-E12) dilakukan untuk

menilai kelayakan parameter °Brix sebagai indikator praktis dalam pemantauan proses (*in-process control*). Analisis ini bertujuan untuk mengevaluasi apakah pembacaan refraktometer yang didasarkan pada indeks bias dapat merepresentasikan perubahan akumulasi total padatan secara konsisten, sehingga mendukung pengambilan keputusan operasional yang lebih cepat dibandingkan pendekatan gravimetri.

Analisis statistik dilakukan menggunakan uji *rho* Spearman terhadap 12 pasang data ($n = 12$) yang merupakan nilai rerata dari tiga kali replikasi pada setiap tahapan. Metode non-parametrik ini diterapkan karena data tidak memenuhi asumsi normalitas berdasarkan uji *Shapiro-Wilk* ($p = 0,031$), sehingga pengujian difokuskan untuk menilai keeratan hubungan antara kedua variabel. Penentuan signifikansi statistik dilakukan melalui uji dua arah (*two-tailed*) pada taraf $\alpha = 0,05$.

Hasil uji korelasi Spearman menunjukkan koefisien korelasi (ρ) sebesar 0,984 dengan $p < 0,001$ (Gambar 3).

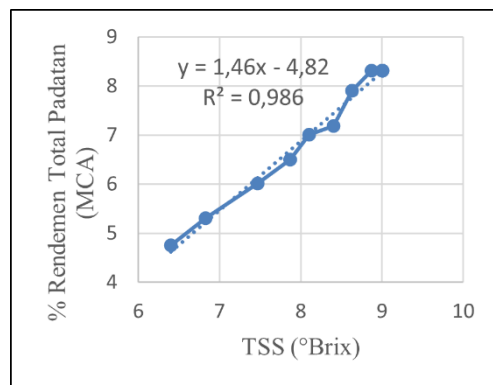
Nonparametric Correlations				
Correlations				
		Brix	Rendemen	
Spearman's rho	Brix	Correlation Coefficient	1,000	.994**
		Sig. (2-tailed)	.	.000
		N	12	12
Rendemen	Rendemen	Correlation Coefficient	.984	1,000
		Sig. (2-tailed)	.000	.
		N	12	12

** Correlation is significant at the 0.001 level (2-tailed).

Gambar 3. Hasil *output* uji korelasi Spearman antara nilai TSS (°Brix) dan rendemen total padatan.

Berdasarkan kriteria kekuatan hubungan, nilai tersebut menunjukkan korelasi positif yang sangat kuat dan signifikan secara statistik antara nilai °Brix dan rendemen total padatan. Temuan ini menegaskan bahwa peningkatan konsentrasi zat terlarut yang terdeteksi oleh refraktometer berbanding lurus dengan peningkatan rendemen total padatan hasil ekstraksi pada seluruh rentang tahapan yang diamati.

Untuk memperjelas pola hubungan dan menyusun dasar kalibrasi operasional, hubungan antara nilai TSS (°Brix) dan rendemen total padatan divisualisasikan melalui *scatter plot* dan dimodelkan menggunakan regresi linier sederhana (Gambar 4).



Gambar 4. *Scatter plot* hubungan antara rendemen total padatan (%) dan nilai TSS (°Brix) pada E1-E12 dengan garis regresi linier.

Hasil pemodelan menghasilkan persamaan regresi $y = 1,46x - 4,82$ dengan koefisien determinasi $R^2 = 0,986$, yang menunjukkan bahwa sekitar 98,6% variasi rendemen pada rentang pengamatan dapat dijelaskan secara akurat oleh perubahan nilai TSS. *Slope* dan *intercept* model masing-masing memiliki interval kepercayaan 95% sebesar 1,33 hingga 1,59 dan -5,95 hingga -3,70, yang mengindikasikan ketidakpastian parameter yang relatif sempit dalam kondisi proses ini. Metrik galat prediksi juga menunjukkan performa model yang baik, dengan RMSE sebesar 0,14% dan MAE sebesar 0,09% rendemen, sehingga deviasi antara rendemen terukur dan rendemen terprediksi oleh nilai TSS berada pada kisaran yang

sangat kecil untuk tujuan kalibrasi operasional. Pemeriksaan visual terhadap plot residu terhadap nilai rendemen terprediksi tidak menunjukkan pola sistematis atau tren kipas yang menonjol, sehingga indikasi heteroskedastisitas pada rentang data ini relatif minimal. Hal ini mendukung kesesuaian penggunaan model regresi linier sederhana sebagai dasar kurva kalibrasi nilai TSS-rendemen pada sistem ekstraksi rimpang temulawak-etanol 70%.

Pendekatan kalibrasi ini selaras dengan berbagai laporan penelitian sebelumnya yang memanfaatkan nilai TSS (°Brix) sebagai indikator kuantitatif untuk memprediksi parameter proses atau mutu produk pada berbagai matriks cair (Abd Rashid *et al.*, 2022; Jaywant *et al.*, 2022; Soares *et al.*, 2023; Yaa'ri *et al.*, 2024). Konsistensi temuan tersebut dengan hasil penelitian ini menguatkan bahwa pemodelan hubungan linier antara nilai TSS dan rendemen total padatan merupakan strategi yang relevan untuk keperluan pemantauan proses (*in-process control*), selama kurva kalibrasi disusun terhadap metode rujukan yang

andal dan diperbarui secara berkala. Persamaan regresi yang diperoleh memungkinkan perkiraan tren rendemen secara cepat, sehingga keputusan operasional, seperti penentuan titik akhir ekstraksi dapat dilakukan secara responsif sebelum data gravimetri tersedia. Namun, perlu ditekankan bahwa validitas konversi ini bersifat spesifik untuk sistem ekstraksi rimpang temulawak pada kondisi penelitian; penerapan pada material atau pelarut berbeda akan memerlukan kalibrasi ulang secara empiris.

Temuan hubungan linier antara nilai TSS dan rendemen total padatan pada penelitian ini harus dipahami sebagai kalibrasi yang spesifik terhadap sistem ekstraksi yang digunakan. Persamaan regresi yang diperoleh mencerminkan respons refraktometer pada mode skala Brix terhadap ekstrak rimpang temulawak dalam matriks etanol 70% pada suhu sekitar 25 °C, dengan konfigurasi alat dan prosedur sampling yang sama. Perubahan komposisi pelarut, jenis bahan baku, suhu operasi, maupun jenis refraktometer berpotensi menggeser indeks bias larutan dan

mengubah sensitivitas sinyal Brix, sehingga dapat menimbulkan bias bila persamaan ini diterapkan secara langsung pada kondisi lain. Implikasi praktisnya, penggunaan nilai TSS ($^{\circ}$ Brix) sebagai estimator rendemen pada aplikasi industri sebaiknya selalu didahului dan dikawal oleh kalibrasi ulang berkala terhadap metode gravimetri pada kondisi proses aktual. Oleh karena itu, ketergantungan penuh pada refraktometri tanpa verifikasi gravimetri berkala tidak disarankan karena adanya risiko bias akibat variasi komposisi bahan baku alami.

KESIMPULAN

Profil total padatan yang diperoleh melalui *moisture content analyzer* dan nilai TSS ($^{\circ}$ Brix) yang diperoleh melalui refraktometer pada beberapa tahap ekstraksi berturut-turut rimpang temulawak memperlihatkan dinamika kinetika yang sangat selaras. Kedua parameter mengalami lonjakan massa terlarut yang signifikan pada fase awal, yaitu dari tahap E1 hingga E6 (menit ke-30 hingga 180). Selanjutnya, laju ekstraksi melambat hingga mencapai kondisi jenuh (*plateau*) yang stabil pada rentang E9

hingga E12 (menit ke-270 hingga 360); dari sudut pandang efisiensi operasional, titik henti praktis dapat ditempatkan pada sekitar tahapan E8 karena tambahan rendemen pada E9 - E12 sangat kecil dan tidak lagi bernilai ekonomis. Pola ini mengonfirmasi bahwa perpanjangan durasi ekstraksi melewati menit ke-240 hingga 300 tidak lagi memberikan kontribusi rendemen yang efektif karena sistem telah mendekati kesetimbangan massa.

Evaluasi terhadap kesesuaian pola perubahan kedua parameter menunjukkan bahwa dinamika nilai TSS mampu merepresentasikan profil akumulasi padatan secara presisi, khususnya dalam mendeteksi fase *plateau* yang menjadi penanda tercapainya titik jenuh (*exhaustion point*). Validitas hubungan ini dikonfirmasi melalui uji statistik yang menghasilkan korelasi positif sangat kuat ($\rho = 0,984$; $p < 0,001$) serta model linier dengan determinasi tinggi ($R^2 = 0,986$) dan persamaan regresi $y = 1,46x - 4,82$, dengan interval kepercayaan 95% untuk *slope* 1,33 hingga 1,59 dan *intercept* -5,95 hingga -3,70, serta galat prediksi yang rendah

(RMSE 0,14% dan MAE 0,09% rendemen). Konsistensi tersebut disertai pemeriksaan visual plot residu yang tidak menunjukkan pola heteroskedastisitas yang bermakna, membuktikan bahwa stagnasi pada pembacaan refraktometer dapat diandalkan sebagai sinyal responsif untuk menentukan penghentian proses, karena secara akurat mengindikasikan bahwa perolehan rendemen padatan juga telah mencapai batas maksimalnya dalam konteks operasional yang diuji.

Sebagai implikasi praktis, penelitian ini memberikan dasar ilmiah bagi optimasi strategi pemantauan proses melalui pemanfaatan komplementer kedua instrumen. Refraktometer direkomendasikan sebagai alat *in-process control* (IPC) utama untuk pemantauan rutin yang menuntut kecepatan pengambilan keputusan, sementara metode gravimetri (*moisture content analyzer*) diposisikan sebagai acuan verifikasi (*gold standard*) untuk mengkalibrasi akurasi data terhadap variasi bahan baku dan kondisi proses. Penerapan skema ini menawarkan solusi

pengawasan yang lebih efisien, terukur, dan konsisten dalam menjamin standar mutu ekstrak herbal di skala industri.

DAFTAR PUSTAKA

- Abd Rashid, S. N. A., Hasham, R., Zaitul, Z. I., Cheng, K. K., Aziz, A. A., Shafin, N., & Kaprawi, A. A. (2022). *Formulation and characterization of the physicochemical, antioxidant activity and sensory attributes of curcuma-based herbal drink*. *Materials Today: Proceedings*, 57, 1061–1066. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.09.272>
- Benavides Arévalo, J. F., Lopera Pérez, Y. E., & Rojas, J. (2021). *Production of an effervescent powder from Solanum betaceum fruit having enhanced antioxidant properties*. *Journal of Food and Nutrition Research*, 9(3), 108–113. <https://doi.org/10.12691/jfnr-9-3-2>
- Brcina, T., Cvrk, R., Brčina, T., & Jašić, A. (2021). *Comparative analysis of honey quality from the area of Tuzla Canton-Bosnia and Herzegovina*. *Technologica Acta*, 6(2), 29–31.
- Codex Alimentarius Commission. (2022). *Standard for ginseng products (CXS 321-2015) (pp. 1–14)*. Food and Agriculture Organization / World Health Organization.
- Jaywant, S. A., Singh, H., & Arif, K. M. (2022). *Sensors and instruments for Brix measurement: A Review*.

- Sensors*, 22(6), 1–20.
<https://doi.org/10.3390/s22062290>
- OECD. (2018). *OECD fruit and vegetables scheme: Guidelines on objective tests to determine quality of fruit and vegetables, dry and dried produce*.
- Rahmat, E., Lee, J., & Kang, Y. (2021). *Javanese turmeric (Curcuma xanthorrhiza Roxb.): Ethnobotany, phytochemistry, biotechnology, and pharmacological activities. Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine*, 2021, Article 9960813.
<https://doi.org/10.1155/2021/9960813>
- Rodhiyah, R., Rahmatulloh, A., & Firdaus, R. C. (2024). *Perbandingan analisis parameter moisture content flavour powder menggunakan moisture analyzer dan oven. DISTILAT: Jurnal Teknologi Separasi*, 10(1), 287–295.
<https://doi.org/10.33795/distilat.v10i1.4877>
- Soares, L., Cunha, C., Novais, S., Ferreira, A., Frazão, O., & Silva, S. (2023). *Refractive index measurements of ethanol-water binary liquid solutions using a graded-index fiber tip sensor. EPJ Web of Conferences*, 287, Article 09038.
<https://doi.org/10.1051/epjconf/202328709038>
- Sun, X., Follett, P. A., Wall, M. M., Duff, K. S., Wu, X., Shu, C., Plotto, A., Liang, P., & Stockton, D. G. (2023). *Physical, chemical, and sensory properties of a turmeric-fortified pineapple juice beverage. Foods*, 12(12), Article 2323.
<https://doi.org/10.3390/foods12122323>
- Treybal, R. E. (1981). *Mass-transfer operations (3rd ed.)*. McGraw-Hill.
- World Health Organization. (1998). *Quality control methods for medicinal plant materials*.
- Yaa'ri, R., Schneiderman, E., Ben Aharon, V., Stanevsky, M., & Drori, E. (2024). *Development of a novel approach for controlling and predicting residual sugars in wines. Fermentation*, 10(3), 1–11.
<https://doi.org/10.3390/fermentation10030125>