

BAB III METODE PENELITIAN

A. Desain Penelitian

Jenis penelitian yang dilakukan adalah penelitian ekperimental untuk pembuatan pasta gigi dari ekstrak daun kenikir (*Cosmos caudatus* Kunth).

B. Lokasi dan Waktu Penelitian

Tempat penelitian berlangsung di laboratorium Teknologi Farmasi Universitas Jenderal Achmad Yani Yogyakarta. Waktu penelitian dilaksanakan dari bulan Agustus 2021 sampai September 2021

C. Variabel Penelitian

1. Variabel Bebas : proporsi komposisi xanthan gum dan Na-alginat pasta gigi ekstrak daun kenikir (*Cosmos caudatus* Kunth)
2. Variabel Terikat : viskositas, homogenitas, pH, daya busa dan *ekstrudability*
3. Variabel terkontrol adalah kecepatan pengadukan

D. Definisi Operasional

1. Pasta gigi ekstrak daun kenikir adalah suatu bentuk sediaan semi padat yang tersusun dari serbuk halus, yang mengandung ekstrak daun keniki dengan kombinasi na alginat dan xanthan gum
2. Ekstrak daun kenikir yaitu sediaan kental yang dibuat dengan menyari serbuk daun kenikir menggunakan pelarut etanol 96% dengan metode maserasi, lalu dilakukan proses penguapan
3. Eksiipien yaitu bahan tambahan pembuatan pasta gigi ekstrak daun kenikir. Eksiipien yang digunakan pada penelitian yaitu : kalsium karbonat, gliserin, xanthan gum, Na-alginat, natrium lauril sulfat, sorbitol, metil paraben, minyak peppermint dan aquades.

E. Alat dan Bahan

1. Alat yang digunakan :

Analytical digital (Ohaus), homogenizer (IKA), pH meter (hanna), sendok kayu, batang pengaduk, gelas ukur, beaker glass, pipet tetes, cawan porselen, mortar dan stamper (desikator, *hardness tester*(ohaus USA), objek gelas, spatula, pot plastik, tube, chamber, kaca chamber, pipa kapiler, plat tetes, viskosimeter Brookfield tipe DV-E, *moisture analyzer* (ohaus USA) *tapped density*, *hot plat* (Thermolyne Hot Plate RC 2240), *magnetic stirrer*, *spindle*, dan alat-alat gelas laboratorium (*iwaki pyrex*).

2. Bahan yang digunakan :

Daun kenikir (*Cosmos caudatus* Kunth), etanol 96% (teknis), kalsium karbonat (farmasetis), gliserin (farmasetis), xanthan gum (farmasetis), Nalginat (farmasetis), natrium lauril sulfat (farmasetis), sorbitol (farmasetis), metil paraben (farmasetis), minyak peppermint (farmasetis) dan aquadest.

F. Pelaksanaan Penelitian

1. Pengambilan bahan

Daun kenikir (*Cosmos caudatus* Kunth.) dipanen dari desa Sorowajan, kecamatan Banguntapan, kabupaten Bantul, Yogyakarta. Selanjutnya daun dan batang kenikir dipisahkan, daun kenikir dicuci bersih dengan air mengalir dan dikeringkan. Kemudian daun kenikir dikeringkan dengan oven selama 24 jam di kampus Universitas Mercu Buana Yogyakarta. Setelah kering daun kenikir dihaluskan menggunakan blender hingga terbentuk serbuk dan di timbang serbuk simplisia sebanyak 1 kg.

2. Ekstraksi daun kenikir

Sampel daun kenikir (*Cosmos caudatus* Kunth.) sebanyak 1 kg dimasukkan kedalam bejana maserasi, kemudian ditambahkan etanol 96% dengan perbandingan 1:10 hingga terendam semua sampel. Wadah maserasi ditutup rapat dan didiamkan selama 3 hari sambil sesekali diaduk dan disimpan pada tempat gelap. Hasil maserasi disaring untuk memisahkan antara filtrat dan ampas. Selanjutnya bagian ampas

diremaserasi dengan etanol 96% hingga terendam semua dan didiamkan selama 2 hari dan sesekali diaduk. Filtrat maserasi dan remaserasi kemudian digabung dan dipekatkan dengan cara pemanasan menggunakan kompor listrik hingga diperoleh ekstrak kental (Kusuma et al., 2018).

$$\text{Rendemen} = \frac{\text{Bobot ekstrak kental}}{\text{Bobot serbuk simplisia}} \times 100$$

3. Karakterisasi Ekstrak

a. Organoleptis

Pengujian organoleptik dilakukan dengan pengamatan meliputi tekstur, bau, warna. Hasil yang didapatkan merupakan tampilan fisik dari ekstrak yang telah dibuat (Adnan et al., 2019).

b. Skrining Fitokimia

1. Identifikasi flavanoid. Ekstrak sampel dimasukkan kedalam tabung reaksi dan ditambahkan sedikit serbuk magnesium lalu dikocok hingga tercampur homogen. Ditambahkan 4-5 tetes HCl dikocok hingga homogen. Hasil positif ditunjukkan dengan warna merah.
2. Identifikasi alkaloid. Ekstrak sampel dimasukkan kedalam tabung reaksi dan ditambahkan reagen dragendrof 4 tetes dan dikocok hingga homogen. Hasil positif ditunjukkan dengan warna merah bata.
3. Identifikasi tanin. Ekstrak sampel dimasukkan kedalam tabung reaksi dan ditambahkan FeCl_3 2-5 tetes dikocok hingga homogen. Hasil positif ditunjukkan dengan warna hitam.
4. Identifikasi saponin. Ekstrak dimasukkan kedalam tabung reaksi dan ditambahkan aquades dan dikocok kuat selama 10 menit. Hasil positif jika terbentuk busa.

c. pH

Uji pH dilakukan dengan mengambil 2 gram ekstrak daun kenikir dilarutkan dengan aquades 2 ml kemudian diukur dengan pH-meter (Adnan et al., 2019)

d. Susut pengeringan

Ditimbang sebanyak 1 gram ekstrak lalu dimasukkan ke dalam alat *moisture balance*. Ekstrak diratakan dan alat dijalankan, selanjutnya diperoleh data kadar air yang terkandung di dalam ekstrak daun kenikir tersebut (Hanif, et al., 2018).

4. Optimasi formula pasta gigi ekstrak daun kenikir

Tabel 1. Formula optimasi pasta gigi ekstrak daun kenikir kombinasi bahan pengikat na alginat dan xanthan gum

Bahan	Konsentrasi (gram)							
	F1	F2	F3	F4	F5	F6	F7	F8
Ekstrak kenikir	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4
Kalsium karbonat	40	40	40	40	40	40	40	40
Gliserin	17	17	17	17	17	17	17	17
Na-alginat	2	0	1	0,5	1,5	1	0	2
Xanthan gum	0	2	1	1,5	0,5	1	2	0
Natrium lauril sulfat	2	2	2	2	2	2	2	2
Sorbitol	5	5	5	5	5	5	5	5
Metil paraben	0,18	0,18	0,18	0,18	0,18	0,18	0,18	0,18
Minyak peppermint	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Aquades	Ad 100	Ad 100	Ad 100	Ad 100	Ad 100	Ad 100	Ad 100	Ad 100

Optimasi bahan pengikat na alginat dan xanthan gum dilakukan dengan software *design expert* versi 7. Menggunakan pendekatan simplex lattice design. Formula yang digunakan untuk optimasi dapat dilihat pada tabel 1.

Pasta gigi ekstrak daun kenikir dibuat dengan prosedur dan proses sebagai berikut:

1. Ekstrak kental yang didapat kemudian diformulasikan kedalam sediaan pasta gigi dengan konsentrasi xanthan gum dan Na-alginat yang berbeda.
 2. Pembuatan pasta gigi dilakukan dengan cara na alginat dan xanthan gum dikembangkan dengan aquades, kemudian
 3. Sorbitol, ekstrak daun kenikir dan gliserin, ditambahkan dan dicampur dengan alat homogenizer dengan kecepatan 20.000 rpm selama 30 menit, kemudian
 4. kalsium karbonat dimasukkan sedikit demi sedikit ke dalam campuran nomor 3 yang telah dikembangkan sambil diaduk sampai homogen.
 5. Sodium lauril sulfat dilarutkan dalam air dan dicampur dengan metil paraben. Kemudian dimasukkan kedalam campuran nomor 4.
 6. Terakhir minyak peppermint ditambahkan sambil diaduk hingga homogen dan terbentuk pasta.
5. Evaluasi sediaan pasta gigi
- a. Organoleptis
Pengujian organoleptik dilakukan dengan pengamatan untuk melihat tampilan fisik meliputi bau, warna. (Adnan et al., 2019).
 - b. pH
pH dari pasta gigi diuji dengan cara diambil masing-masing formula sebanyak 1 gram pasta gigi dan dilarutkan dengan aquades sebanyak 10 ml kemudian diukur menggunakan pH meter (Adnan et al., 2019)
 - c. Homogenitas
Homogenitas dari pasta gigi formulasi dilakukan untuk menilai apakah semua komponen sudah terdispersi merata atau belum. Pengujian homogenitas dilakukan dengan cara diambil pasta kemudian dioleskan dalam objek gelas, diamati apakah ada butiran yang terlihat atau tidak, jika tidak terdapat butiran kasar pada sediaan pasta gigi, maka sediaan sudah homogen (Adnan et al., 2019).
 - d. Daya busa

Pasta gigi sejumlah 1 gram dimasukkan kedalam tabung reaksi dan didispersikan dengan 10 ml aquadest lalu dikocok selama 1 menit. Diamati tinggi busa yang terbentuk (Haryati, et al 2020).

e. Viskositas

Dengan menggunakan viskometer Brookfield, viskositas ditentukan dengan spindle nomor 7 dengan putaran 50 rpm pada suhu 25⁰C (Devi et al., 2019).

f. *Extrudability*

Sediaan pasta dimasukkan ke dalam kemasan sebanyak 20 gram kemudian diberikan tekanan konstan sebesar 1 kg pada ujung kemasan. Kemudian berat pasta yang keluar dari kemasan ditimbang. Pengukuran *Extrudability* masing-masing formulasi diulangi tiga kali dan dihitung nilai rata-rata (Devi et al., 2019).

6. Penentuan formula optimum

Setelah diperoleh nilai hasil uji pH, daya busa, ekstrudabilitas dan viskositas kemudian dilakukan analisis formula optimum dengan *software simplex lattice design*. Hasil prediksi *desirability* yang diperoleh dari perangkat lunak *design expert* untuk penentuan dari ke delapan formula supaya memenuhi semua kriteria (ph, kemampuan busa, *ekstrudability*, dan viskositas) yang telah ditentukan oleh *maximum Desirability* yang paling tinggi.

Verifikasi formula optimum dilakukan dengan membandingkan hasil pengujian sifat fisika kimia pada formula optimum dengan nilai respon optimum yang sudah diprediksi oleh *Design Expert* agar dapat diketahui apakah terdapat perbedaan signifikan antar hasil uji dengan nilai respon respon yang diprediksi oleh *Design Expert*. Verifikasi dianalisis dengan uji *one sample t-test*.