

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Desain Penelitian

Penelitian dilakukan secara eksperimental, dimulai dari pengumpulan dan pengolahan simplisia, identifikasi simplisia, karakteristik simplisia, pembuatan ekstrak, pembuatan granul, pembuatan tablet, KLT, dan pengujian karakteristik tablet ekstrak daun sirih hijau (*Piper betle* L.) dengan variasi konsentrasi CMC-Na.

B. Lokasi dan Waktu Penelitian

1. Lokasi

Laboratorium Teknologi Farmasi Fakultas Kesehatan Universitas Jenderal Achmad Yani Yogyakarta.

2. Waktu

Bulan Agustus- Oktober

C. Populasi/Sampel/Objek Penelitian

1. Populasi

Daun sirih hijau (*Piper betle* L.) diambil dari Jl. Wijaya Kusuma, Dusun Pokoh Utara Perumahan Pokoh Baru, Wedomartani Kecamatan Ngemplak Kabupaten Sleman.

2. Sampel/ Objek Penelitian

Sampel penelitian digunakan sebanyak 5 kg herba daun sirih hijau, dengan kriteria usia tanaman minimal berusia 4 bulan, daun sirih hijau yang dipilih yang masih segar, berwarna hijau, dengan daun lebar berbentuk jantung dan ujung meruncing dipetik pada pagi hari saat daun masih segar.

D. Variable Penelitian

1. Variable Bebas : Variasi konsentrasi bahan pengikat CMC-Na
2. Variable Terikat : Tablet yang dihasilkan
3. Variable Terkontrol : Penimbangan bahan, Pencampuran, Granulasi, Pengerinan, Uji granul, Kompresi

E. Definisi Oprasional Variabel

1. Variable Bebas

Variable bebas yaitu variable yang memberikan perubahan atau pengaruh pada variable terikat. Dimana pada pada uji digunakan bahan pengikat CMC-Na dengan konsentrasi yang berbeda-beda.

2. Variable Terikat

Variable terikat yaitu variable yang berpengaruh karena variable bebas

3. Variable Terkontrol

Variable terkontrol yaitu variable yang berpengaruh karena variable bebas dan variable terikat

F. Alat dan Bahan

1. Alat

Seperangkat alat ekstraksi (timbangan gram, blender / *grinder (fomac)*, bejana maserasi, beaker gelas (*iwaki*), gelas ukur (*iwaki*), kompor, wajan, kertas saring, corong, sendok kaca, oven), seperangkat alat granulasi (ayakan 12, mesh, wadah serbuk, sendok tanduk,), seperangkat alat uji granul (alat uji kecepatan alir, alat uji sudut diam, alat uji kandungan kelembapan, alat uji komprestibilitas, dan lat uji susut pengeringan), mesin cetak tablet, seperangkat alat uji tablet (alat uji kerapuhan, alat uji kekerasan, alat keseraaman bobot Timbangan gram, alat waktu larut, alat disolusi), seperangkat alat uji KLT (bejana KLT, pipet tetes, kertas silica).

2. Bahan

Ekstrak daun sirih hijau, Laktosa (Pharmaceutical grade), CMC-Na (Pharmaceutical grade), Talk (Pharmaceutical grade), Asam sitrat (Pharmaceutical grade), Aspartam (Pharmaceutical grade), Etanol (teknis), air, N-heksan (pro analisis), Etil asetat (pro analisis), Eugenol, Silika gel GF254.

G. Metode Pengolahan dan Analisi Data

1. Determinasi Tanaman

Daun sirih yang telah dikumpulkan dilakukan determinasi untuk memastikan bahwa tanaman yang digunakan untuk penelitian ini benar-benar merupakan tanaman daun sirih hijau. Daun sirih yang akan digunakan diperoleh dari Jl. Wijaya Kusuma, Dusun Pokoh Utara Perumahan Pokoh Baru, Wedomartani Kecamatan Ngemplak Kabupaten Sleman. Pemanenan daun sirih dilakukan pada bulan Agustus proses determinasi daun sirih hijau dilakukan di Laboratorium Pembelajaran Biologi, Fakultas Sains dan Teknologi Terapan Universitas Ahmad Dahlan.

2. Persiapan Sampel

Daun sirih hijau yang telah dikumpulkan dilakukan sortasi basah untuk memisahkan sampel yang lolos dan tidak lolos. Daun sirih yang lolos sortasi dipisahkan dari zat pengotor yang menempel dengan menggunakan air bersih yang mengalir kemudian dilakukan pengeringan simplisia dengan oven (40°C) simplisia yang telah dikeringkan di grinder hingga halus atau hingga diperoleh serbuk (Rivai dkk., 2014).

3. Ekstraksi

Pada percobaan ini dilakukan ekstraksi dengan metode maserasi, dengan cara serbuk daun sirih (*Piper betle* L.) dimasukan kedalam bejana maserasi kemudian ditambahkan pelarut etanol 70% dengan perbandingan (1:10) selama 3 hari. Maserat yang diperoleh kemudian dipekatkan dengan menggunakan kompor hingga diperoleh ekstrak yang kental kemudian dihitung hasil rendemennya. Perhitungan rendemen dapat dilakukan dengan cara sebagai berikut (R.Vifta, 2019).

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

4. Karakteristik Ekstrak Kental

a. Organoleptis

Ekstrak yang diperoleh diuji secara organoleptik, menggunakan pengamatan panca indera untuk mendeskripsikan bentuk, warna, rasa, dan bau dari ekstrak (Rivai dkk., 2014).

b. Viskositas

Pengukuran viskositas sediaan dilakukan dengan cara menggunakan Viskosimeter Rheosys, sebanyak 1,5 gram ekstrak diletakan dipermukaan silinder, kemudian viskositasnya diukur dengan viskosimeter dilengkapi spindel dengan kecepatan 20 rpm (Rosari dkk., 2019).

5. Uji Skrining Fitokimia

a. Identifikasi Minyak Atsiri

0,5 gram ekstrak kental daun sirih hijau diencerkan dengan pelarut 1 mL, kemudian ditunggu atau dipanaskan di hoteplate hingga diperoleh residu. Hasil positif minyak atsiri ditandai dengan bau khas yang dihasilkan oleh residu tersebut (Afifah Rukmini, 2020).

6. Uji Kromatografi Lapis Tipis

a. Penjenuhan bejana

Dibuat fase gerak N-Heksan: Etil asetat (7:3) dalam chamber. Dimasukan kertas saring 20 cm dalam chamber ditutup rapat camber ditunggu hingga chamber jenuh, yang ditandai dengan terbasahi kertas saring dengan fase gerak (Tiara & Nurul, 2014).

b. Prosedur KLT

Di oven plat KLT 3 menit pada suhu 45°C, lalu diperi penandaan batas garis atas dan bawah pada plat KLT 1cm. Ditotolkan minyak atsiri dan standar Eugenol pada garis bawah. Dimasukan plat KLT kedalam chamber yang sudah jenuh dan ditunggu hingga eluen naik. Diambil dan dikeringkan plat KLT, diamati noda pada sinar UV 254 nm. Dihitung nilai RF (*Retardation Factor*) (Tiara & Nurul, 2014).

$$RF = \frac{\text{Jarak tempuh analit}}{\text{Jarak tempuh pelarut}}$$

7. Formulasi Tablet Hisap

Formula tablet hisap ekstrak etanol daun sirih hijau tertera dalam tabel berikut (Rabbani dkk., 2017).

Table 6. Formula Tablet Hisap Ekstrak Etanol Daun Sirih Hijau Dengan Variasi Konsentrasi

Bahan (mg)	Formula		
	F1 (CMC-Na 5%)	F2 (CMC-Na 7,5%)	F3 (CMC-Na 10%)
ekstrak daun sirih hijau (mg)	100	100	100
Laktosa (%)	77,25	74,75	72,25
CMC-Na(mL)	35	35	35
Talk(%)	5	5	5
Asam Sitrat	2,5	2,5	2,5
Aspartam (%)	0,25	0,25	0,25
Total Bobot (mg)	1000	1000	1000

Table 7. Formulasi yang Akan Digunakan Dalam Pembuatan Tablet Hisap Dengan Variasi Konsentrasi Bahan Pengikat CMC-Na

Bahan (mg)	Formula		
	F1 (CMC-Na 5%)	F2 (CMC-Na 7,5%)	F3 (CMC-Na 10%)
ekstrak daun sirih hijau (mg)	100	100	100
Laktosa (%)	77,25	74,75	72,25
CMC-Na(mL)	35	35	35
Talk(%)	5	5	5
Asam Sitrat	2,5	2,5	2,5
Aspartam (%)	0,25	0,25	0,25
Total Bobot (mg)	1000	1000	1000

8. Penyiapan Dispersi CMC-Na Dalam Aquadest

Pendispersian CMC-Na dilakukan dengan cara menimbang CMC-Na kemudian ditambahkan aquades 100mL sedikit demi sedikit hingga diperoleh hasil yang diinginkan, untuk formulasi 1 menggunakan konsentrasi 2,5 % CMC-Na, formulasi 2 dengan konsentrasi 5% dan formulasi 3 dengan konsentrasi 7,5 % (Rabbani dkk., 2017)

9. Pembuatan Massa Granul

Ditimbang semua bahan sesuai formula, bahan dicampur homogen lalu ditambah bahan pengikat sampai terbentuk massa granul yang bagus, kemudian diayak dengan menggunakan ayakan 12 mesh, selanjutnya dikeringkan dengan menggunakan oven dengan suhu 40°C selama 60 menit (Nafisah isnawati & Fitriya Purnama Dewi, 2021).

10. Pengayakan Granul

Massa granul yang telah terbentuk diayak dengan menggunakan ayakan 12 mesh (Nafisah isnawati & Fitriya Purnama Dewi, 2021).

11. Evaluasi Massa Granul

a. Kecepatan Alir

Pengujian dilakukan dengan cara menyiapkan alat yang akan di gunakan yaitu stopwatch dan corong yang memiliki lubang dibawahnya. Granul ditimbang sebanyak 25 g dan dimasukkan kedalam corong yang bawahnya telah tertutup, setelah selesai dibuka bagian bawah corong dan dibiarkan granul mengalir. Waktu alir ditentukan dengan menggunakan stopwatch penghitungan dimulai dari granul mengalir hingga berhenti (Aisyah dkk., 2019).

b. Sudut Diam

Pengujian yang dilakukan seperti pengujian yang dilakukan pada uji kecepatan alir. Granul 25 g dimasukkan dalam corong yang bawahnya telah tertutup, kemudian dibuka tutup bagian bawah corong dan di biarkan granul

mengalir ke atas meja yang telah dilapisi kertas perkamen. Diukur tinggi dan jari-jari pada timbunan granul yang telah terbentuk (Aisyah dkk., 2019).

Sudut diam dihitung dengan rumus:

$$\tan \alpha = \frac{h}{d}$$

dimana:

α = sudut diam

h = tinggi timbunan granul

r = diameter timbunan granul

c. Persen Kompresibilitas

Disiapkan 25 gram sampel yang akan diuji, dimasukan kedalam gelas ukur 100 ml, lalu diukur volume awal (V_0) kemudian diketuk-ketukkan sebanyak 300 kali lalu dan akan didapatkan volume ahir (V_f) (Aisyah dkk., 2019).

$$I = \frac{V_0 - V_f}{V_0}$$

Keterangan : I = Indeks Kompresibilitas

V_0 = Volume awal

V_f = Volume ahir setelah hentakan

d. Kandungan Kelembapan

Pengujian dilakukan dengan cara menimbang granul sebelum dikeringkan dan sesudah dikeringkan. Kandungan kelembapan dapat dinyatakan sebagai “*Moisture Content*” (MC) (Aisyah dkk., 2019).

Dihitung dalam rumus:

$$\% \text{ MC} = \frac{\text{Bobot granul basah} - \text{Bobot granul kering}}{\text{Bobogt granul kering}} \times 100 \%$$

e. Susut Pengeringan

Pengujian dilakukan dengan cara menyiapkan granul basah, “*Loss on drying*” dimana suatu kadar kelembapan yang berdasarkan berat basah

granul (Aisyah dkk., 2019).

Dihitung dalam rumus:

$$\% \text{ LOD} = \frac{\text{Bobot granul basah} - \text{Bobot granul kering}}{\text{Bobot granul kering}} \times 100 \%$$

12. Pembuatan Tablet Hisap

Setelah melewati proses pengeringan dan evaluasi kemudian granul ditambahkan mg stearate sebanyak 16 gram dan talk sebanyak 40 mg sebagai bahan pelicin. Selanjutnya dilakukan pencetakan tablet dengan mesin cetak, bobot tiap tablet 1000 mg.

13. Evaluasi Tablet Hisap

a. Kesergaman Bobot

Ditimbang 20 tablet dihitung rata-rata tiap tablet. jika ditimbang satu-persatu, tidak boleh lebih dari harga yang ditetapkan dalam kolom A dan atau tidak boleh satu tablet yang bobotnya menyimpang dari bobot rata-rata lebih dari harga kolom B (Anif, 2015).

b. Kekerasan

Diambil tablet sejumlah 10, kemudian tombol on dan skala pada alat *Hardness tester* diubah pada satuan kg apabila satuan sebelumnya newton dan diposisikan pada angka nol (0). Kemudian satuan tablet diletakan ditengah pada bagian alat pengukur kekerasan tablet, sekrup diputar kearah depan sampai tablet pecah. Kekerasan tablet ditunjukan dengan skala (kg) yang terlihat pada alat disaat tablet pecah. Tablet yang baik mempunyai kekerasan antara 4-10 kg (Fadhilah & Saryanti, 2019).

c. Kerapuhan

Diambil tablet masing-masing setiap formulasi sebanyak 20 tablet kemudian ditimbang satu-persatu tablet lalu dimasukan kedalam alat *Friability tester* dijalankan alat dengan kecepatan 25 rpm selama 4 menit atau 100 kali putaran. Setelah selesai tablet dikeluarkan dari alat dan dibersihkan dari debu yang menempel lalu ditimbang kembali. Dilakukan 2 kali replikasi, dihitung selisih bobot tablet sebelum diuji dan sesudah diuji

(Rondonuwu dkk., 2017).

d. Waktu Larut

Tablet hisap biasanya melarut kurang dari 30 menit didalam mulut. Uji waktu larut dilakukan secara langsung oleh responden dengan memasukan tablet kedalam mulut dan di tunggu hingga habis. Dicatat waktu yang diperlukan untuk melarut sampai habis (Hidayati & Marwan, 2015).

e. Waktu Hancur

Lima tablet dimasukan kedalam tabung berbentuk keranjang, kemudian dinaik turunkan secara teratur 30 kali setiap menit dalam air suhu 37°C. Tablet dinyatakan hancur jika tidak ada bagian tablet yang tertinggal pada alat, kemudian dicatat hasil sebagai waktu larut. Tablet yang baik mempunyai waktu hancur kurang dari 15 menit (Fitriana dkk., 2010).

f. Kesukaan

Dicoba masing-masing formulasi tablet hisap oleh lima belas responden, lalu responden memberikan respon atau pendapat terhadap rasa, aroma, warna dan tekstur dari formulasi tablet hisap. Karakteristik responden yang diambil yaitu laki-laki dan perempuan, mahasiswa Farmasi Universitas Jenderal Achmad Yani Yogyakarta.

H. Analisis Data

Analisis data yang digunakan pada penelitian ini yaitu uji ANOVA One Way menggunakan Software SPSS versi 22. Uji ANOVA One Way adalah jenis uji statistika parametric dengan tujuan untuk mengetahui ada tidaknya perbedaan rata-rata antara lebih dari 2 group sampel yang ditunjukkan berdasarkan nilai signifikan $\geq 0,05$. apabila hasil perhitungan uji ANOVA menunjukkan adanya perbedaan yang bermakna maka dilanjutkan dengan uji SLD untuk menentukan perbedaan atau pengaruh perlakuan terhadap parameter uji antar formula.