

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **A. Desain Penelitian**

Penelitian kuantitatif berupa eksperimental pembuatan tablet hisap ekstrak daun sirih dengan bahan pengikat gelatin dan tablet dibuat secara granulasi basah. Ekstraksi daun sirih secara maserasi dengan pelarut etanol 70%. Data evaluasi fisik kekerasan dan waktu larut tablet di analisis dengan One way Anova ( $p < 0,05$ ).

#### **B. Lokasi dan Waktu Penelitian**

Determinasi tanaman di Laboratorium Biologi Fakultas Sains dan Teknologi Terapan Universitas Ahmad Dahlan. Proses ekstraksi, uji kontrol kualitas tablet hisap ekstrak etanol daun sirih, dan pembuatan sediaan di Laboratorium Teknologi dan Formulasi Sediaan Farmasi Universitas Jenderal Achmad Yani Yogyakarta. Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Oktober 2022-November 2022.

#### **C. Populasi dan Sampel**

Pada penelitian yakni daun sirih (*Piper betle L.*) berwarna hijau dan masih segar diambil dari Desa Kemiri Kidul, RT 02/RW 03, Kec. Kemiri, Kab. Purworejo, Jawa Tengah. Proses panen dilakukan pada pagi hari, karena untuk menghindari kerusakan senyawa yang terkandung dalam daun akibat terkena cahaya matahari, pada pagi hari daun sirih masih segar.

#### **D. Variabel Penelitian**

1. Variabel bebas pada penelitian ini yaitu variasi konsentrasi gelatin.
2. Variabel terikat pada penelitian ini yaitu kekerasan tablet, waktu melarut, kerapuhan tablet, dan kesukaan tablet.
3. Variabel terkontrol pada penelitian ini yaitu waktu pengeringan dan suhu pengeringan, pembuatan granul.

#### **E. Definisi Operasional**

1. Tablet hisap yaitu bentuk sediaan dengan kandungan zat aktif ekstrak daun sirih hijau sebagai bahan obat dan gelatin sebagai pengikat.

2. Ekstrak daun sirih merupakan sediaan kental dengan mengekstraksi dengan perendaman dengan pelarut etanol 70% selanjutnya filtrate dipekatkan.
3. Eksipien merupakan bahan tambahan pada pembuatan tablet yaitu aspartam, asam sitrat, laktosa, talk, dan gelatin.

#### **F. Alat dan Bahan**

1. Alat
  - a. Seperangkat alat ekstraksi meliputi wajan, spatula kaku, toples besar, kompor listrik, grinder. Alat yang digunakan untuk fitokimia yaitu tabung reaksi, timbangan analitik (*Ohaus*), glass beaker (*Iwaki*), glass ukur (*Iwaki*), kertas saring, *hot plate*, pipet tetes, labu Erlenmeyer (*Iwaki*). Alat yang digunakan untuk pembuatan tablet yaitu ayakan mesh 12, ayakan mesh 16, beaker glass, neraca analitik, *magnetic stirrer*, mortir dan stemper.
  - b. Seperangkat alat uji granul yaitu corong *flow tester*, corong, *moisture balance* (GMK-508-1L), glass ukur (*Iwaki*). Alat untuk uji tablet yaitu *friability* (Erweka FAO 315), *hotplate* dan *magnetic stirrer*. Alat yang digunakan untuk uji tablet hisap yaitu *hardness* (Unilab HDO 147.1), *moisture analyzer* (*Ohaus pioneer*)
2. Bahan
  - a. Bahan yang digunakan yaitu ekstrak daun sirih.
  - b. Bahan yang digunakan untuk ekstraksi yaitu serbuk simplisia, etanol 70%.
  - c. Bahan yang digunakan untuk uji fitokimia yaitu ekstrak etanol daun sirih, HCl 2 N, dragendorff (p.a), mayer (p.a), wagner (p.a), etanol 70%, serbuk Mg, dan aquadest.
  - d. Bahan yang digunakan untuk pembuatan tablet yaitu aspartame (farmasetis), aquadest, ekstrak daun sirih, laktosa (farmasetis), gelatin (farmasetis), sakarin (farmasetis), talk (farmasetis).

## G. Pelaksanaan Penelitian

### 1. Determinasi Tanaman

Determinasi tanaman sirih terutama bagian daun di Laboratorium Biologi Fakultas Sains dan Teknologi Terapan Universitas Ahmad Dahlan, yang bertujuan supaya meminimalisir terjadinya kelalaian pada saat pengambilan tanaman dan mengetahui kebenaran identitas tanaman yang diteliti.

### 2. Persiapan sampel

#### a. Pembuatan simplisia

Daun sirih 5 kg disortasi dan cuci bersih dengan air mengalir. Selanjutnya daun sirih diangin-anginkan kemudian dikeringkan menggunakan oven pada suhu 50<sup>0</sup>C. Tujuan pengeringan untuk menguapkan air yang ada dalam sampel. Setelah sampel dikering dan dihaluskan dengan blender, selanjutnya diayak menggunakan ayakan 40 mesh. Serbuk disimpan dalam toples.

#### b. Pembuatan ekstrak etanol daun sirih

Serbuk ekstrak daun sirih diekstraksi menggunakan metode maserasi. 500 g serbuk kering simplisia dimasukkan ke dalam toples kaca. Diekstraksi dengan 5 liter etanol 70% selama 3 hari. Sampel disimpan di ruangan tertutup, hindari dari sinar matahari dan 12 jam sekali dilakukan pengadukan. Selanjutnya filtrate dipisahkan dari ampas dengan menggunakan kertas saring yang diletakan pada corong, residu diremaserasi selama 1 hari. Filtrate hasil remaserasi dicampur dengan hasil filtrate yang pertama kemudian dipekatkan di atas kompor listrik sehingga didapatkan ekstrak kental. Rendemen dihitung dengan rumus:

$$\% \text{ Rendemen} = \frac{\text{Bobot ekstrak yang didapat}}{\text{Bobot serbuk simplisia yang diekstraksi}} \times 100\%$$

### 3. Karakteristik ekstrak

#### a. Organoleptik

Mengamati ekstrak yang dibuat berdasarkan bau, rasa, dan warna (Andriana et al., 2014).

b. Viskositas ekstrak

Ekstrak daun sirih dimasukkan ke dalam beaker glass dengan menempatkan spindle terendam. Spindel nomor 7 dengan kecepatan 50 rpm. Alat yang digunakan yaitu *Viscometer Brookfield* (Hidayati *et al.*, 2015)

c. Fitokimia

Metode yang digunakan berdasarkan (Murflihah *et al.*, 2017):

1) Identifikasi flavonoid

Ekstrak 0,5 g dilarutkan menggunakan 5 ml etanol 70% dan ditambahkan 3 tetes HCL 2N pekat serta serbuk Mg 0,2 g. Hasil ditandai dengan endapan berwarna merah tua, kuning atau jingga.

2) Identifikasi alkaloid

Ekstrak 0,5 g ditambahkan 10 ml HCL 2 N dipanaskan didalam beker glas berisi air diatas *hotplate* selama 30 menit, didinginkan, dan saring dengan kertas saring untuk mendapatkan filtrat. Filtrat yang diperoleh dibagi dan dimasukkan ke dalam 3 tabung reaksi serta ditambahkan pereaksi yang berbeda pada setiap tabungnya. Untuk tabung ke-1 ditetesi dengan dragendorff 3 tetes. Hasil ditandai dengan endapan berwarna jingga. Tabung ke-2 ditambahkan reagen mayer 3 tetes , hasil ditandai dengan endapan putih, dan tabung ke-3 ditambahkan pereaksi wagner 3, hasil ditandai dengan endapan berwarna merah kecoklatan.

3) Identifikasi saponin

Ekstrak 0,5 g ditambahkan 10 ml air panas kemudian sampel dikocok kuat-kuat dan ditetesi 3 tetes HCl. Hasilnya ditandai dengan sampel terdapat buih yang stabil atau dalam beberapa detik buih tidak hilang.

4) Identifikasi triterpenoid

Ekstrak 0,5 g dilarutkan 1 ml kloroform, 1 ml asam asetat anhidrat dan 2 ml asam sulfat pekat melalui dinding tabung. Hasil ditandai dengan sampel terbentuk cincin kecoklatan atau violet.

## 4. Pembuatan tablet hisap variasi konsentrasi gelatin

**Tabel 1. Formula Tablet Hisap Variasi Konsentrasi Gelatin**

Bahan (mg)	Formula		
	F1 (Gelatin 2,5%)	F2 (Gelatin 5%)	F3 (Gelatin 7,5%)
Ekstrak etanol daun sirih	100	100	100
Laktosa	359,375	357,5	355,625
Gelatin	1,875	3,75	5,625
Aspartam	1,25	1,25	1,25
Asam sitrat	12,5	12,5	12,5
Talk	25	25	25
Total bobot (mg)	500	500	500

Prosedur pembuatan formulasi yang dilakukan yaitu :

## 1) Pembuatan larutan gelatin dalam aquadest

Gelatin dilarutkan dengan 100 ml aquades panas diatas *hot plate* dengan bantuan *magnetic stirrer* hingga larutan berubah menjadi bening.

## 2) Pembuatan granul

Ditimbang ekstrak daun sirih, aspartame, asam sitrat , dan laktosa dicampurkan hingga homogen. Ditambahkan larutan gelatin sampai membentuk massa granul basah kemudian diayak dengan ayakan 12 mesh. Granul basah dikeringkan dalam oven selama 3 jam pada suhu 50<sup>0</sup> C. Granul yang telah kering diayak dengan ayakan mesh 14. Granul ditambahkan talk. Sebelum dicetak tablet dilakukan evaluasi fisik granul. Granul dikempa dengan mesin pencetak tablet. Dievaluasi fisik tablet meliputi kekerasan, kerapuhan dan waktu melarut tablet

## 5. Evaluasi granul

## a. Kadar lembab

Granul 1 g dimasukkan ke alat uji *moisture balance* dan dipanaskan pada suhu 105<sup>0</sup>C. Kadar lembab yang tertera pada alat dicatat. Syarat kadar lembab 2-5% (Sapri *et al.*, 2012).

## b. Laju alir

Granul  $\pm 75$  g dilewatkan pada corong *flow tester*. Penutup corong dibuka bersamaan dengan dinyalakan *stopwatch* dan dicatat waktu granul untuk keluar melewati corong. Syarat untuk laju alir yaitu  $\leq 10$  g/detik (Sapri *et al.*, 2012).

$$\text{Kecepatan alir serbuk} = \frac{\text{bobot (g)}}{\text{waktu (detik)}}$$

c. Sudut diam

Granul  $\pm 25$  g dimasukkan ke corong dengan bagian bawah ditutup kemudian dibuka dan granul mengalir ke atas kertas grafik. Diukur tinggi dan jari-jari dasar timbun granul yang terbentuk (Fatmawaty *et al.*, 2015). Nilai sudut istirahat yang baik berkisar  $25^{\circ}$ - $45^{\circ}$ . Sudut istirahat dihitung dengan rumus :

$$\tan a = \frac{H}{R}$$

Dimana:

$\alpha$  = sudut istirahat.

h = tinggi timbunan granul.

r = diameter timbunan granul.

d. Kompaktibilitas

Dimasukkan massa ke dalam ruang cetak tablet dan diratakan. Lalu dikempa dan mesin tablet dijalankan. Parameter kompaktibilitas diukur kekerasan tablet dengan alat uji *hardness* (Utomo *et al.*, 2009).

6. Evaluasi tablet hisap

a. Organoleptik

Tablet diamati berupa bau, rasa dan warna (Andriana *et al.*, 2014).

b. Kekerasan

Diambil 20 tablet dengan satu per satu diletakkan tablet dengan posisi horizontal dan ditekan. Dilihat pada tekanan berapa tablet pecah atau retak. Alat pengujian yang digunakan *hardnes*. Syarat untuk kekerasan tablet  $10\text{-}20 \text{ kg/cm}^2$  (Sapri *et al.*, 2012).

c. Kerapuhan

Diambil 20 tablet ditimbang dan dicatat sebagai bobot awal. Tablet dimasukkan ke *friability tester* kecepatan 25 putaran/menit. Timbang kembali dan hitung % bobot tablet yang hilang. Persentase friabilitas  $<1\%$  (Andriana *et al.*, 2014).

d. Waktu larut

Dimasukkan 200 ml air ke dalam beaker glass, dipanaskan dengan suhu  $37^{\circ}\text{C}$  diatas hotplate dan dimasukkan *magnetic stirrer* , dimasukkan tablet ke dalam beaker glass. Dicatat waktu melarut tablet (Sapri *et al.*, 2012).

e. Kesukaan

Kuesioner kesukaan tablet dibagikan pada 20 responden untuk memberikan penilaian ketiga formula. Responden diberi 1 tablet untuk ketiga formula dan diminta untuk memberikan skor 1-4 terhadap bau, rasa dan warna tablet. Kemudian data di intrepestasikan dengan berdasarkan skor 1-3 tidak suka, 4-6 kurang suka, 7-9 suka, dan 10-12 sangat suka.

#### **H. Metode Pengolahan dan Analisis Data**

Data analisis karakteristik fisik kekerasan dan waktu larut tablet dilakukan menggunakan uji *One-Way ANOVA*. Dimana untuk uji organoleptik tablet dianalisis dengan deskriptif dan uji kerapuhan, kekerasan, dan waktu larut tablet hisap dianalisis dengan statistik. Metode *One-Way ANOVA* dengan taraf kepercayaan 95% atau  $\alpha = 0,005$ . Uji *One-Way ANOVA* merupakan uji yang digunakan untuk kekerasan, kerapuhan dan waktu larut pada setiap formula dengan melihat nilai pada *outpot*.