

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1. Cara Penelitian**

##### **3.1.1 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian adalah daun tin dalam bentuk kering (diperoleh dari daerah Kartasura, Sukoharjo, Jawa Tengah), aquadest, laktosa (Merck), magnesium stearat (Merck), gelatin (Brataco), PVP (CV Argamas Jaya), dekstrosa (Merck), aspartam (Brataco), kertas saring, fase gerak berupa n-butanol : asam asetat : air (9:2:6), fase diam berupa silika gel GF<sub>254</sub>, larutan pembanding kuersetin 0,1% dalam etanol P, dan plat KLT (Merck). Semua bahan yang digunakan merupakan bahan dengan kualitas farmasetis.

##### **3.1.2 Alat**

Alat-alat yang dipakai meliputi mesin cetak tablet *single punch* (Korsch/TDP), alat-alat gelas, *rotary evaporator* (Heidolph), *water bath* (Memmert), alat uji sudut diam dan waktu alir (Copley Scientific), alat uji pengetapan (Erweka), *moisture balance* (Metler HB 43), *hardness tester* (Erweka *tbh 125*), jangka sorong, timbangan elektrik (*mettler toledo type new classic MF*), *friability tester* (Erweka D-63150), oven elektrik besar (Memert), dan perangkat gelas KLT (Pyrex).

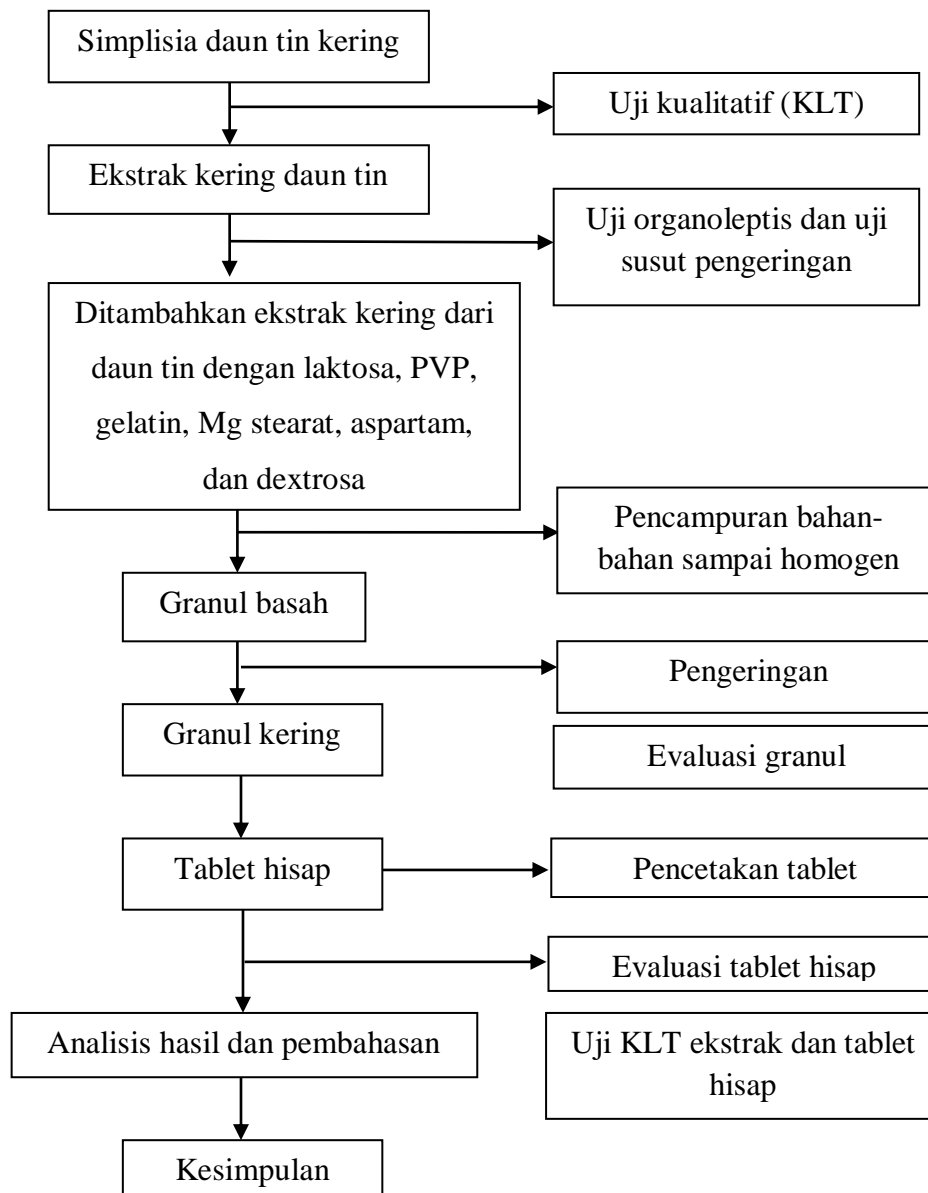
#### **3.2. Identifikasi Tumbuhan dan Persiapan Sampel**

Daun tin diidentifikasi di laboratorium. Setelah mendapatkan keterangan identifikasi tumbuhan, daun diambil dan dicuci kemudian dikeringkan dengan dijemur di bawah sinar matahari selama 7 hari. Daun tin kering digiling menggunakan mesin penggiling hingga diperoleh simpisia daun tin dengan ukuran 40 mesh.

### 3.3. Ekstraksi Daun Tin

#### 3.3.1 Skema Kerja

Berikut ini adalah skema kerja atau alur pembuatan tablet hisap dari daun tin yang akan dilakukan selama penelitian berlangsung.



**Gambar 3.1.** Skema kerja

### 3.3.2 Pembuatan Ekstrak Daun Tin

#### 3.3.2.1 Pengumpulan daun tin kering

Daun tin yang telah dikeringkan diperoleh dari Kecamatan Kartasura, Kabupaten Sukoharjo, Jawa Tengah.

#### 3.3.2.2 Determinasi tanaman

Determinasi daun tin dilakukan di Laboratorium Taksonomi Fakultas Biologi Universitas Gadjah Mada Yogyakarta. Hasil determinasi digunakan untuk memastikan bahwa tanaman yang dipakai dalam penelitian ini adalah benar *Ficus carica* L.

#### 3.3.2.3 Ekstraksi

Sebelum dilakukan proses ekstraksi, terlebih dahulu daun tin kering digiling dengan mesin penggiling sampai diperoleh simplisia daun tin berukuran 40 mesh setelah diayak. Selanjutnya, ekstraksi dengan metode infundasi dilakukan menggunakan pelarut yaitu air. Sebanyak 300 gram daun tin diinfundasi dengan menggunakan air dengan perbandingan 1:10 di atas penangas air selama 15 menit terhitung mulai suhu mencapai 90°C sambil sesekali diaduk. Disaring cairan infus dengan kain selagi panas tanpa perlu diperas, kemudian ampas tersisa dipanaskan lagi dan proses diulangi sejumlah 3 kali. Semua infusa yang didapatkan digabungkan, kemudian dilakukan pengeringan di *water bath* pada suhu 70°C hingga ekstrak kental diperoleh. Kemudian ditambahkan laktosa untuk dijadikan ekstrak kering dengan perbandingan ekstrak kental : laktosa yaitu 1:4 (Mopuri et al., 2017).

### 3.4. Penentuan Dosis dan Jumlah Simplisia

Literatur menunjukkan bahwa dosis ekstrak kering daun tin adalah 100 mg/kg BB tikus berupa ekstrak etanol (Patil Vikas et al., 2010). Mengacu dari dosis tersebut, pada asumsi dosis dalam ekstrak air yang dibuat dalam penelitian ini ditentukan dosis untuk manusia dengan konversi seperti di bawah ini:

- a. Dosis untuk tikus: 100 mg/kg BB tikus = 20 mg/BB standar tikus (20 gram)
- b. Nilai faktor konversi dosis tikus ke manusia: 56,



### 3.5.1 Uji Sifat Fisik Granul

#### 3.5.1.1 Uji Kecepatan Alir

Dilakukan penimbangan terhadap  $\pm 100$  gram granul yang kemudian dimasukkan ke corong alat pengukur waktu alir dengan ujung corong tertutup. Dihitung waktu alir dengan memulai *stopwatch* bersamaan ketika corong dibuka, waktu yang dibutuhkan untuk mengalirnya semua serbuk yang berada didalam corong dicatat. Nilai kecepatan alir granul yang baik adalah 4-10 g/detik, dan apabila kecepatan alir di atas 10 g/detik maka dikatakan memiliki kecepatan yang sangat baik (Dalih Gozali et al., 2016).

#### 3.5.1.2 Uji Pengetapan

Granul dimasukkan ke gelas ukur 100 ml, kemudian ditaruh dalam alat pengetapan dengan disetel jumlah pengetapan 50 kali tiap menitnya. Rumus untuk memperoleh persen pengetapan adalah:  $\% = \frac{V_0 - V_t}{V_0} \times 100\%$ , dimana  $V_0$  yaitu volume awal dari granul dan  $V_t$  yaitu volume granul setelah dilakukan pengetapan. Granul dikatakan memiliki sifat alir baik jika nilai indeks tap yang didapat  $\leq 20\%$  (Anonim, 2014).

#### 3.5.1.3 Uji Sudut Diam

Seperti uji kecepatan alir, dilakukan penimbangan terhadap  $\pm 100$  gram granul yang lalu dimasukkan ke corong alat pengukur waktu alir dengan ujung corong tertutup, tumpukan granul yang terbentuk kemudian dihitung sudut diamnya menggunakan rumus:  $\alpha = \frac{H}{R}$ , dimana H merupakan tinggi tumpukan dan R merupakan jari-jari alas. Granul dikatakan memiliki sifat mengalir yang mudah (*free flowing*) apabila diperoleh sudut diam antara  $25^\circ$  sampai  $45^\circ$  (Anonim, 2014).

#### 3.5.1.4 Uji Kandungan Lembab

Secukupnya granul dimasukkan ke dalam aluminium foil pada alat *moisture balance*, kemudian ditekan tombol start, persen kadar air akan diperoleh pada layar alat. Nilai kadar air yang bagus yaitu di bawah 5% (Anonim, 2009).

### 3.5.1 Proses Pembuatan Tablet

Ekstraksi simplisia daun tin dilakukan dengan metode infundasi, untuk diperoleh infusa. Setelah diperoleh infusa dikeringkan pada alat *rotary evaporator*, kemudian dibuat menjadi ekstrak kental dengan ditaruh di *water bath* pada suhu 70°C. Kemudian dilakukan formulasi tablet hisap dengan bobot tablet 2500 mg dimana semua bahan untuk pembuatan tablet hisap ekstrak daun tin meliputi ekstrak kental daun tin dan laktosa, gelatin dan PVP dengan variasi kadar gelatin : PVP formula 1 (10%:2%); formula 2 (10%:2%); formula 3 (0,7%:0,5%); formula 4 (8,5%:3,5%); formula 5 (7,8%:4,25%); formula 6 (9,25%:2,75%), Mg stearat, dekstrosa, dan aspartam. Setelah ditimbang bahan-bahan kemudian dilakukan pencampuran diawali dengan mencampur ekstrak kental tin dengan laktosa, dioven, kemudian diteteskan cairan gelatin+PVP yang telah dibuat solusi sehingga diperoleh massa granul. Massa granul yang diperoleh lalu diayak pada ayakan no.14 kemudian ditaruh pada oven dengan suhu 60°C agar membentuk granul kering. Setelah terbentuk granul kering, lalu granul diayak kembali sampai diperoleh ukuran granul yang diinginkan. Granul kering ditambahkan Mg stearat, dekstrosa dan aspartam lalu dicampur hingga homogen. Selanjutnya dilakukan uji sifat fisik granul, pencetakan tablet dan uji sifat fisik tablet hisap yang telah dibuat.

### 3.5.2 Uji Sifat Fisik Tablet Hisap

#### 3.5.2.1 Pengamatan Organoleptis

Pengamatan ini dilakukan secara visual, dilihat homogenitas warna (baik pada satu tablet maupun antar tablet), bentuk tablet, permukaan tablet cacat atau tidak, harus bebas dari noda atau bintik-bintik, dan diamati pula bau serta rasa tablet hisap dari semua formula (BPOM, 2014).

#### 3.5.2.2 Uji Keseragaman Bobot

Tablet ditimbang sebanyak 20 kemudian dihitung bobot rata-ratanya. Tablet dengan keseragaman bobot yang baik menunjukkan bahwa tidak ada

satupun tablet yang bobotnya menyimpang lebih dari 10%, dan juga harga %CV yang diperoleh harus kurang dari 5% (Anonim, 2014).

#### 3.5.1.1 Uji Kekerasan Tablet

Sifat kekerasan pada tablet dapat berpengaruh pada pelepasan zat aktif tablet, semakin tinggi nilai kekerasan tablet maka semakin lama pula pelepasan zat aktifnya. Penerimaan pasien dapat juga dipengaruhi oleh sifat kekerasan tablet, tablet yang terlalu keras dapat menyebabkan waktu larut yang lebih lama didalam mulut. Tujuan dilakukan uji kekerasan adalah untuk mengetahui ketahanan tablet terhadap guncangan atau benturan dengan benda lain seperti pada saat proses pengemasan dan saat proses distribusi hingga ke konsumen. Kekerasan tablet diuji dengan menaruh tablet satu per satu sampai 10 tablet pada alat *hardness tester* yang kemudian akan menunjukkan nilainya pada layar alat. Kekerasan tablet hisap dikatakan baik jika nilainya antara 7-14 kg (Anonim, 2009).

#### 3.5.1.2 Uji Kerapuhan Tablet

Salah satu syarat penting lain untuk penerimaan konsumen adalah sifat kerapuhan, semakin mudah tablet berubah menjadi serbuk, menyerpih, pecah-pecah dan kehilangan keutuhan bentuk, semakin sulit perolehan penerimaan konsumen, selain itu juga dapat mempengaruhi kebersihan dari tempat pengepakan, dan dapat pula terjadi variasi bobot dan keseragaman isi yang tidak diinginkan. Sifat kekerasan dan kekuatan antar partikel pada permukaan tablet dapat mempengaruhi kerapuhan. Semakin rendah harga kekerasan tablet, semakin lemah ikatan antar partikel, dan semakin meningkat pula kerapuhan tablet, begitupun sebaliknya. Untuk mengetahui nilai kerapuhan, sejumlah 20 tablet dibebas debukan menggunakan aspirator kemudian ditimbang di neraca analitik, tablet lalu dimasukkan ke alat friabilator dan diuji selama 4 menit per 100 putaran dan dikeluarkan saat selesai. Setelah itu tablet kembali dibebas debukan dan ditimbang setelahnya. Kerapuhan tablet yang diperbolehkan adalah bernilai tidak lebih dari 1% (Anonim, 2009).

### 3.5.1.1 Uji Waktu Larut

Tablet diuji waktu larutnya dengan dimasukkan ke dalam mulut tanpa harus dikunyah lalu dibiarkan melarut sendiri sampai habis didalam mulut secara keseluruhan. Dicatat waktu yang dibutuhkan tablet untuk melarut dari awal dimasukkan hingga habis didalam mulut. Tablet hisap dikatakan memiliki waktu larut yang baik jika waktu yang diperlukan adalah 30 menit atau kurang (Lachman L et al., 1994).

### 3.5.2 Penentuan Profil KLT Ekstrak dan Sediaan Tablet hisap

Dalam penelitian digunakan fase diam yaitu Plat KLT berupa silika gel GF<sub>254</sub> dan eluen berupa fase gerak n-butanol : asam asetat : air (9:2:6) yang telah dijenuhkan. Lampu UV pada panjang gelombang 254 nm digunakan untuk mendeteksi bercak pada plat (Lisnawati dan Handayani, 2016).

Tujuan analisis ini adalah untuk melihat apakah proses pembuatan tablet hisap memberikan pengaruh terhadap profil KLT pada ekstrak dan tablet hisap. Larutan pembanding yang digunakan sebagai standar berupa quersetin 0,1% dalam etanol P. Tablet hisap yang telah dibuat dari semua formula, diuji dan dibandingkan sifat fisiknya dengan formula lain, lalu dipilih salah satunya dengan sifat fisik terbaik, kemudian dibuat larutan uji dari 1% tablet formula tersebut dalam aquadest. Dibuat juga larutan uji dalam 1% ekstrak kental dalam etanol P, kemudian larutan uji dari ekstrak kental, tablet hisap, dan standar quersetin masing-masing ditotolkan pada plat KLT, lalu plat dimasukkan dalam posisi tegak ke dalam bejana yang telah diisi campuran fase gerak yang telah dijenuhkan dan ditunggu elusidasi sampai selesai (Anonim, 2009). Profil KLT kemudian dianalisis setelah dilihat dengan sinar UV pada panjang gelombang 254 dan 366.

### 3.6. Analisis Hasil

Pada penelitian ini diharapkan diperoleh karakteristik sifat fisik yang baik pada granul dan tablet hisap yang dibuat. Pengujian sifat fisik granul ekstrak meliputi uji kecepatan alir, uji pengetapan, uji sudut diam, dan uji kandungan lembab, sedangkan untuk uji sifat fisik tablet hisap dilakukan secara berurutan uji organoleptik, uji keseragaman bobot, uji kekerasan, uji kerapuhan, dan uji waktu



melarut. Untuk profil KLT dianalisis pada ekstrak daun tin serta sediaan tablet hisap. Masing-masing hasil uji dibandingkan dengan persyaratan mutu yang ditentukan pada literature.