

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Rancangan Penelitian**

Penelitian ini dilaksanakan dengan menggunakan metodologi penelitian eksperimental, dengan metode granulasi basah. Penelitian ini bersifat observasi laboratorium dengan pemanfaatan antioksidan dari Daun Kelor (*Moringa oleifera L.*) pada pembuatan granul *Effervescent*.

#### **3.2 Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Teknologi Sediaan Farmasi dan Laboratorium Bahan Alam STIKES Borneo Lestari. Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Januari 2022 sampai dengan bulan April 2022.

#### **3.3 Sampel**

Pada penelitian ini digunakan sampel yaitu tumbuhan Kelor (*Moringa Oliefera L.*) yang diambil dari Kecamatan Banjarbaru Utara kota Banjarbaru, bagian tumbuhan yang digunakan adalah daunnya.

#### **3.4 Variabel Penelitian**

##### **3.4.1 Variabel Bebas**

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah formulasi asam dan basa pada pembuatan granul *effervescent* dari Daun Kelor sebagai antioksidan.

##### **3.4.2 Variabel Terkait**

Variabel terikat dalam penelitian ini adalah pemeriksaan organoleptis, uji kadar lembab, uji sifat alir, indeks kompresibilitas,

uji ketinggian buih, pemeriksaan PH, uji waktu larut, uji *acceptability* dan uji stabilitas.

### **3.5 Alat dan Bahan**

#### **3.5.1 Alat**

Alat yang digunakan, alat-alat gelas laboratorium, *aluminium foil*, gelas ukur (*Pyrex*<sup>®</sup>), gelas beker (*Pyrex*<sup>®</sup>), *blender*, *rotary evaporator* (IKRF10<sup>®</sup>), oven (*Thermo Scientific*<sup>®</sup>), timbangan digital (*SCount Pro*<sup>®</sup>), timbangan analitik (*Ohaus*<sup>®</sup>), *waterbath* (Memmart<sup>®</sup>), mortir, stamper, ayakan mesh, *stopwatch*, alat uji waktu alir, desikator pH meter.

#### **3.5.2 Bahan**

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah Daun Kelor, aquadest, aerosil, asam sitrat, asam tartrat, aspartam, natrium bikarbonat, Etanol 96% dan polivinil pirolidin (PVP).

### **3.6 Prosedur Penelitian**

#### **3.6.1 Determinasi Tumbuhan Kelor**

Determinasi tumbuhan dilakukan terlebih dahulu sebelum dilakukan penelitian untuk memastikan jenis dan kebenaran tumbuhan yang digunakan (Soemarie, 2016). Sampel tumbuhan Kelor (*Moringa oliefera*) di determinasi di Laboratorium Dasar Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lambung Mangkurat Banjarbaru.

#### **3.6.2 Pembuatan Ekstrak Daun Kelor**

Pengambilan simplisia Daun Kelor yang dipanen dan dikumpulkan pada waktu pagi hari sebelum matahari terbit. Lalu dilakukan sortasi basah untuk memilih daun Kelor yang segar dan bagus. Daun Kelor dicuci dengan air mengalir, kemudian dikeringkan untuk menurunkan kadar air dengan cara di jemur dibawah matahari sampai kering. Simplisia Daun Kelor kering di *blender* sampai menjadi serbuk simplisia Daun Kelor. Serbuk yang diperoleh selanjutnya digunakan untuk pembuatan ekstrak daun Kelor.

Serbuk daun kelor dimaserasi menggunakan pelarut etanol didiamkan selama 1x24 jam sambil sesekali digojog. Bahan yang telah dimaserasi disaring, sehingga diperoleh filtrat. Lalu dilakukan penyaringan dengan kertas saring, sehingga diperoleh maserat. Dilakukan pengulangan sebanyak 2 kali, kemudian maserat 1, 2, 3 digabungkan. Lalu maserat diuapkan dengan *rotary evaporator* untuk memisahkan pelarut dengan ekstrak. Hasil dari *rotary evaporator* di kentalkan dengan menggunakan *waterbath* sehingga diperoleh ekstrak yang kental (Wendersteyt, 2021). Ekstrak kental ditambahkan aerosil dengan perbandingan 1:0,5 dan digerus hingga homogen. Diperoleh ekstrak daun Kelor dalam bentuk ekstrak kering (Saputra, 2012).

### 3.6.3 Formula

Tabel 1. Formula granul *Effervescent* ekstrak Daun Kelor.

Bahan	F1	F2	F3	F4
Ekstrak daun kelor	1,6%	1,6%	1,6%	1,6%

Asam sitrat	18,77%	16,72%	14,28%	14,15%
Asam tartarat	18,77%	33,45%	28,57%	28,30%
Natrium bikarbonat	54,44%	41,81%	49,14%	49,53%
PVP	1%	1%	1%	1%
Aspartam	2%	2%	2%	2%
Aerosil	Ad 100 %	Ad 100 %	Ad 100 %	Ad 100 %
Jumlah granul yang diinginkan 7 gram/sachet				

Keterangan : Perbandingan asam sitrat : asam tartarat : natrium bikarbonat yang digunakan dalam formula granul *Effervescent* kombinasi daun kelor dibuat sebanyak 4 formula yaitu, F1 (1:1:2,9); F2(1:2:2,5); F3(1:2:3,44) F4(1:2:3,5) (Salsabila & Endang, 2020; Hestiarini, 2018; Rizal, 2013; Abdurrahman, 2019). Ekstrak daun Kelor yang digunakan sebanyak 1,6% berdasarkan perbandingan menggunakan asam askorbat, dimana 50 mg asam askorbat setara dengan IC50 asam askorbat sebesar 5,64 ppm yang dapat digunakan dalam perhitungan dosis ekstrak untuk membuat sediaan Kelor granul *effervescent* (Seal & Chaudhuri, 2015). Perhitungan dapat dilihat pada Lampiran 1.

### 3.6.4 Pembuatan Sediaan Granul *Effervescent*

Pembuatan granulas *effervescent* dari ekstrak Daun Kelor menggunakan metode granulasi basah. Mula-mula dibuat 2 campuran terpisah, campuran pertama terdiri atas ekstrak kering daun kelor, polivinil pirolidin (PVP) dan natrium bikarbonat. Sedangkan campuran kedua terdiri atas asam sitrat, asam tartrat dan aspartam. Pemisahan campuran ini bertujuan untuk menghindari terjadinya reaksi dini antara komponen asam basa. Campuran pertama dihomogenkan, lalu di oven dengan suhu 50°C selama 15 menit, setelah di oven lalu dimasukkan campuran kedua digerus sampai homogen. Campuran asam basa yang telah homogen disemprotkan dengan etanol 96% hingga menjadi serbuk lembab. Penambahan etanol bertujuan melarutkan bahan pengikat agar lebih mudah bereaksi dengan bahan. Campuran pertama dan kedua kemudian diayak dengan ayakan *mesh* 16 dan dikeringkan dalam suhu 40°-50°C selama 120 menit dalam oven. Granul yang sudah

kering diayak lagi dengan ayakan *mesh* 16 (Noerwahid, 2016). Timbang granul asam dan basa yang diperoleh dari proses pengeringan, kemudian campur granul asam dan basa serta hindari dari kelembaban.

### 3.6.5 Uji Granul *Effervesent*

#### a. Pemeriksaan organoleptis

Pemeriksaan organoleptis dilakukan dengan memeriksa bau dengan cara granul *Effervesent* diletakkan di atas telapak tangan dan dicium aromanya, rasa dengan cara granul *Effervesent* diambil sedikit kemudian diletakkan di ujung lidah dan dikecap selama kurang lebih 10 detik dan warna dengan cara granul *Effervesent* diamati secara visual untuk mengetahui granul sudah baik atau belum (Neorwahid, 2016).

#### b. Uji kadar lembab

Uji kadar lembab merupakan salah satu parameter mutu yang penting bagi produk kering karena digunakan untuk menentukan daya tahan dan daya simpan produk. Sejumlah granul ditempatkan dalam piringan lalu dimasukkan ke dalam *eksikator* yang berisi *silica gel* selama 4 jam (Burhan dkk, 2012).

#### c. Uji sifat alir

Uji sifat alir terbagi menjadi dua yaitu waktu alir dan uji sudun diam. Uji waktu alir dengan cara corong dipasang tegak, kemudian sebanyak 50 gram granul dimasukkan ke dalam corong yang ditutup lubang bawahnya, penutup corong kemudian dilepas

bersamaan dengan memulai hitungan dengan stopwatch. Hitung waktu yang diperlukan granul mengalir, lakukan sebanyak 3 kali. Waktu alir yang baik tidak lebih dari 10 detik. Sedangkan pemeriksaan sudut diam kelanjutan dari pemeriksaan kecepatan alir, hasil dari granul yang mengalir semuanya memiliki tinggi (h) dan diameter (d) tumpahan granul (Astuti & Wahyu. 2016).

d. Indeks kompresibilitas.

Uji kompresibilitas dilakukan dengan menimbang 50 gram (m) granul dan catat volumenya ( $V_1$ ). Granul tersebut kemudian dimampatkan sebanyak 500 kali secara manual dan dicatat kembali volume setelah pengetukan ( $V_2$ ) (Akbar & Alik, 2019). Dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali.

e. Uji Ketinggian Buih

Uji ketinggian buih dilakukan untuk mengukur ketinggian buih yang dihasilkan oleh reaksi kimia disebabkan sifat asam basa yang mana dalam perbandingan pembentukan karbondioksida. sebanyak 7 gram sampel setiap formulasi yang telah dilarutkan, dilihat buih paling tinggi yang dihasilkan selama proses netralisasi. (Astuti & Wahyu. 2016).

f. Uji pH

Uji pH dilakukan untuk mengetahui keasaman sediaan granul *effervescent*. Granul ditimbang sebanyak 4 gram dan dilarutkan dalam 200 mL air kemudian diukur pH dengan pH stik (Neorwahid, 2016).

g. Uji waktu larut

Uji waktu larut dihitung berdasarkan waktu yang diperlukan oleh sampel sebanyak 7 gram sampel setiap formulasi. Kemudian dimasukkan ke dalam air 200 mL, tekan *stop watch* pada saat serbuk masuk ke dalam air. Matikan *stop watch* saat seluruh busa pada larutan hilang dan zat melarut sempurna (Astuti & Wahyu. 2016).

h. Uji *acceptability*

Uji *acceptability* atau uji kesukaan dengan dilakukan percobaan tanggapan rasa, bau dan kejernihan dari granul *effervescent* yang telah dilarutkan kepada 20 responden untuk menentukan tingkat *acceptability* (Setiawan, 2012).

i. Uji stabilitas

Uji stabilitas fisik granul instan dilakukan selama satu bulan dimana granul instan disimpan pada suhu kamar (20°-25°C). Pengujian dilakukan setiap tujuh hari yaitu pada hari ke-0, 7, 14, 21 dan 28. Setiap pengujian dilakukan secara triplo. Evaluasi stabilitas ini meliputi organoleptis, pH, tinggi buih, waktu alir, sudut diam, indeks kompresibilitas, kandungan lembab, dan waktu larut (Husni dkk, 2020).

### 3.6.6 Analisis Data

- a. Kadar lembab yang rendah, baik untuk penyimpanan sediaan jangka waktu yang lebih lama. Mikroorganisme dapat tumbuh

pada sediaan dengan kadar air diatas 10%, dalam artian kadar air yang baik dibawah 10% (Burhan dkk, 2012).

Kadar lembab dapat dihitung dengan menggunakan rumus :

$$\text{Kadar lembab} = \frac{\text{berat awal} - \text{berat akhir}}{\text{berat awal}} \times 100\%$$

- b. Waktu alir 50 gram granul tidak lebih dari 10 detik, sedangkan dusut diam yang baik adalah 25° -45° (Astuti & Wahyu. 2016).

Sudut diam dihitung dengan rumus :

$$\Theta = \tan^{-1} \frac{h}{r}$$

Keterangan :  $\Theta$  = Sudut diam  
r = Jari-jari kerucut  
h = Tinggi kerucut

- c. Granul dapat dikatakan baik jika nilai indeks *kompresibilitas* kurang dari 20%. granul dihitung menggunakan persamaan:

$$I = \frac{V_0 - V_1}{V_0} \times 100\%$$

Keterangan : I: % kompresibilitas  
V<sub>0</sub>: volume awal  
V<sub>1</sub>: Volume akhir (Akbar & Alik, 2019)

- d. pH larutan *effervescent* dikatakan baik jika hampir mendekati netral, jika larutan *effervescent* terlalu asam dapat mengiritasi lambung dan jika terlalu basa akan menimbulkan rasa pahit dan tidak enak (Neorwahid, 2016).
- e. Hasil tinggi buih terbaik merupakan yang memiliki selisih terkecil dengan standar *effervescent* dipasaran sekitar 3 cm((Astuti & Wahyu. 2016).
- f. Uji waktu larut yang dikatakan baik pada sediaan granul *effervescent* kurang dari 5 menit (Astuti & Wahyu. 2016).



- g. Pada uji *acceptability*, panelis diberikan kuesioner yang menyatakan skala penilaian (Setiawan, 2012). Skala nilai yang digunakan :

Tabel 2. Skala nilai

Nilai	Keterangan
1	Sangat tidak suka
2	Tidak Suka
3	Agak tidak suka
4	Suka
5	Sangat suka

Sumber : Setiawan, 2012

- h. Analisis data statistik meliputi organoleptis dan uji *acceptability* dipaparkan secara deskriptif sedangkan uji kadar lembab, uji sifat alir, indeks kompresibilitas, uji ketinggian buih, uji PH dan Uji waktu larut dianalisis secara statistic dengan *one way* ANOVA. Uji stabilitasnya menggunakan dependent *t-Test*. Data yang diperoleh dari hasil uji evaluasi granul ditampilkan dalam bentuk tabel serta hasil uji evaluasi granul dianalisis statistik dengan metode analisis uji normalitas, uji homogenitas, dan uji parametrik maupun non parametrik (Purnomo & Syamsul, 2017).