

## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 1. Objek Penelitian

Objek pada penelitian ini adalah pengaruh suhu penyimpanan terhadap sifat fisik tablet *effervescent* dengan kombinasi ekstrak kulit buah naga merah (*Hylocereus polyrhizus*) dan serbuk buah lemon (*Citrus limon L.*).

#### 2. Sampel Dan Teknik Sampling

Sampel pada penelitian ini adalah tablet *effervescent* yang terbuat dari kombinasi ekstrak kulit buah naga merah (*Hylocereus polyrhizus*) dan serbuk buah lemon (*Citrus limon L.*). Ekstrak kulit buah naga merah (*Hylocerepolyrhizus*) yang di ekstraksi dengan metode perkolasi dengan pelarut etanol 70%, sedangkan serbuk buah lemon (*Citrus limon L.*) diperoleh dengan pengeringan metode oven. Sampel pada penelitian ini diperoleh dari dengan teknik *purposive sampling* karena sampel yang digunakan yaitu tablet *effervescent* yang di buat dengan jumlah tertentu sesuai kebutuhan peneliti dan tablet yang digunakan untuk uji merupakan tablet yang memenuhi kriteria untuk diuji.

#### 3. Variabel Penelitian

##### 3.3.1. Variabel Bebas

Variabel bebas adalah variabel yang menjadi sebab timbulnya atau perubahannya variabel terikat (Putri, 2017). Variabel bebas pada penelitian ini adalah suhu penyimpanan tablet

*effervescent* kombinasi ekstrak kulit buah naga merah (*Hylocereus polyrhizus*) dan serbuk buah lemon (*Citrus limon L.*).

### **3.3.2. Variabel Terkendali**

Variabel control adalah variabel yang dikendalikan atau dibuat konstan, sehingga tidak akan mempengaruhi variabel yang diteliti (Putri, 2017). Variabel terkendali pada penelitian ini adalah asal tanaman yaitu kulit buah naga merah (*Hylocereus polyrhizus*) dan serbuk buah lemon (*Citrus limon L.*), metode ekstraksi yaitu granulasi basah, sediaan dan tekanan kompresi.

### **3.3.3. Variabel Terikat**

Variabel terikat adalah variabel yang muncul diakibatkan karena adanya variabel bebas. Variabel terikat dalam penelitian ini adalah sifat fisik granul dan tablet *effervescent* yang terbuat dari kombinasi ekstrak kulit buah naga merah (*Hylocereus polyrhizus*) dan serbuk buah lemon (*Citrus limon L.*).

## **4. Teknik Pengumpulan Data**

### **3.4.1. Cara Pengumpulan Data**

1. Pada penelitian ini jenis data yang dikumpulkan bersifat kualitatif dan kuantitatif.
2. Pengumpulan data dilakukan dengan metode eksperimen di Laboratorium Politeknik Harapan Bersama.
3. Metode analisis data yang digunakan dalam penelitian ini adalah

*two-way anova* versi 22.

### **3.1.2. Alat dan Bahan**

#### **1. Alat Penelitian**

Alat yang digunakan untuk penelitian ini antara lain; *dry oven*, seperangkat alat perkolasi, *rotari evaporator*, timbangan analitik, *water bath*, ayakan mesh 40; 16; 18, tabung reaksi, blender, erlenmeyer, beaker glass, mikroskop, cawan porselin, gelas ukur, kaca arloji, *moisture tester*, alat uji waktu alir dan sudut diam, *hardness tester*, jangka sorong, *friabilator* serta kompresibilator.

#### **2. Bahan Penelitian**

Bahan yang digunakan untuk penelitian ini antara lain; ekstrak kulit buah naga merah (*Hylocereus polyrhizus*), serbuk buah lemon (*Citrus limon* L.), etanol 70%, asam sulfat pekat, asam asetat pekat, Aquades, asam sitrat, asam tartrat, natrium bikarbonat, PVP, mg stearat, laktosa, aspartam, avicel pH 102 dan aerosil.

### **3.1.3. Prosedur Kerja**

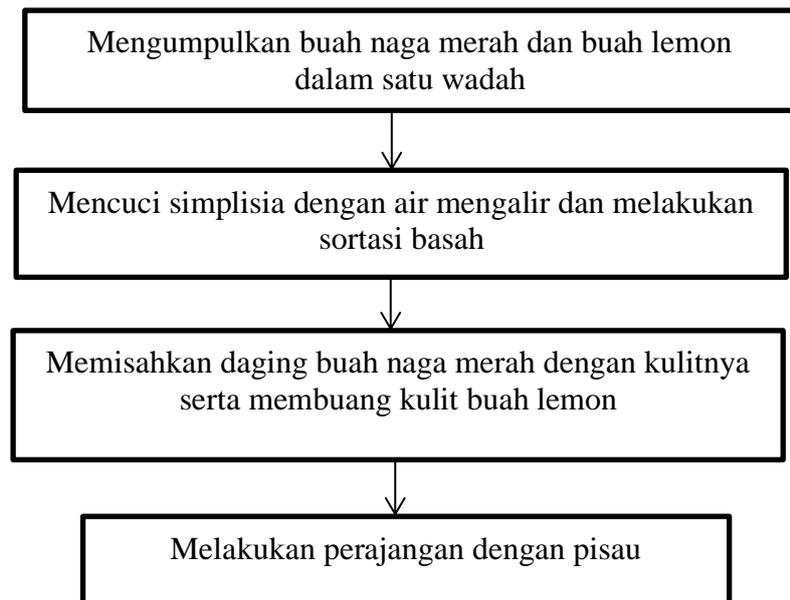
#### **1. Pengumpulan Sampel**

Kulit buah naga merah (*Hylocereus polyrhizus*) dan buah lemon (*Citrus limon* L.) yang digunakan untuk penelitian didapatkan dari daerah Kota Tegal.

## 2. Pembuatan Simplisia

### a. Sortasi Basah

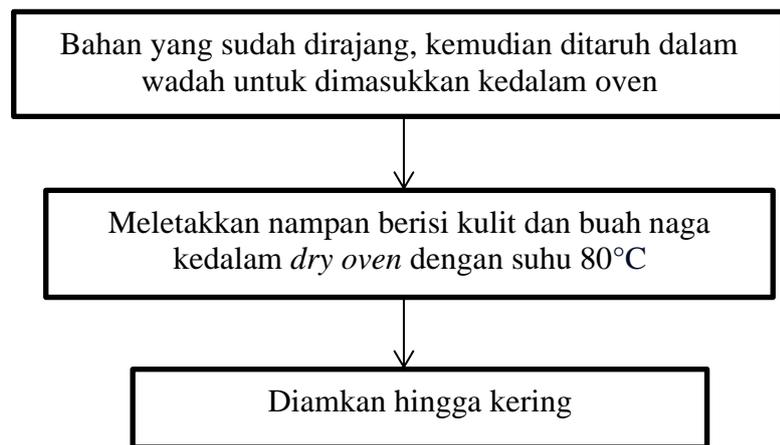
Sortasi basah adalah proses pemisahan kotoran atau bahan asing yang ada pada simplisia contohnya seperti: tanah dan kerikil, bagian buah yang sudah rusak atau kotoran lainnya yang harus dibuang. Daging dan kulit buah naga terlebih dahulu dipisahkan, sedangkan untuk buah lemon terlebih dahulu dikupas bagian kulitnya karena memiliki rasa pahit. Setelah dilakukan sortasi basah selanjutnya proses pencucian hingga bersih menggunakan air mengalir, kemudian dilakukan perajangan. Proses sortasi basah dapat dilihat pada gambar berikut ini:



**Gambar 3.1.** Skema Sortasi Basah

## b. Pengeringan

Pengeringan dilakukan untuk menjaga mutu sampel dan mencegah reaksi enzimatik yang dapat merusak simplisia. Penurunan kadar air juga dapat mencegah tumbuhnya kapang dan jamur pada simplisia. Pengeringan dilakukan menggunakan *dry oven* dengan suhu hingga 80°C. Untuk kulit buah naga dilakukan pengeringan selama 2 hari dan untuk buah lemon dilakukan selama 3 hari. Sebelum di masukkan ke dalam oven, kulit buah naga merah (*Hylocereus polyrhizus*) dan buah lemon (*Citrus Limon L.*) sudah terlebih dahulu dipotong menjadi beberapa bagian untuk mempercepat proses pengeringan. Proses pengeringan dapat dilihat pada gambar dibawah ini:



**Gambar 3.2.** Skema Pengeringan

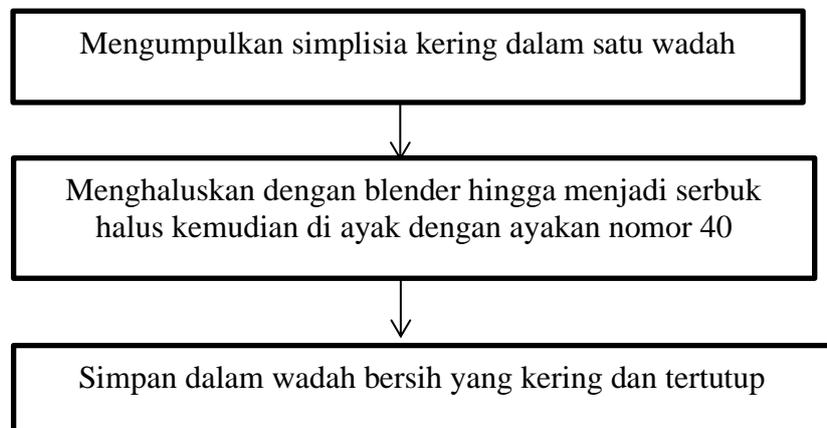
## c. Sortasi Kering

Sortasi kering dilakukan untuk memisahkan bagian tanaman yang tidak diinginkan dan memastikan tidak ada benda asing yang masih tertinggal. Proses ini juga dilakukan untuk

memilah bahan simplisia kering yang memiliki mutu kurang baik.

**d. Pembuatan Serbuk Simplisia Kulit Buah Naga Merah Dan Buah Lemon**

Dilakukan dengan mengumpulkan simplisia yang sudah kering dan haluskan dengan blender hingga menjadi serbuk halus. Setelah halus kedua sampel di ayak dengan ayakan ukuran mesh 40 secara terpisah. Kemudian serbuk yang sudah di ayak akan disimpan pada wadah bersih, kering dan tertutup rapat. Skema pengayakan dapat dilihat pada bagan berikut:



**Gambar 3.3.** Skema Pembuatan Serbuk Simplisia

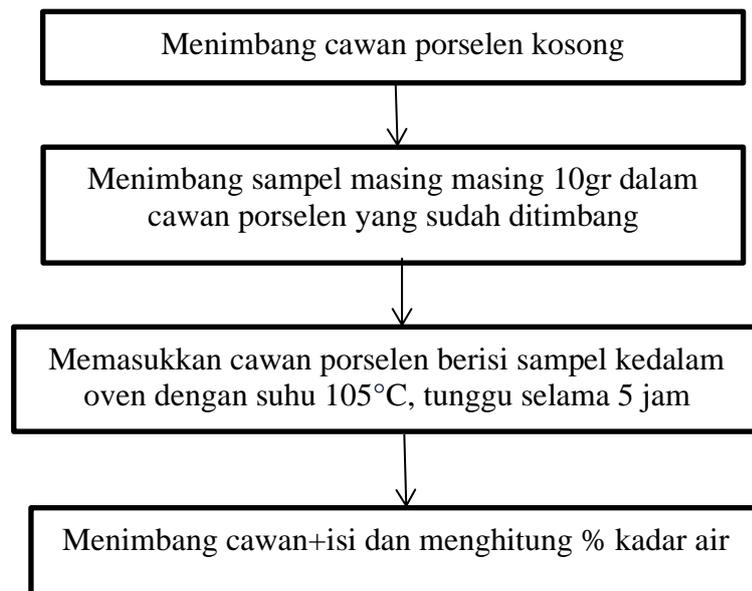
**e. Uji Kadar Air**

Uji kadar air dilakukan dengan metode penguapan air dengan oven. Untuk metode ini tidak hanya air yang menguap tetapi semua zat seperti alkohol juga ikut menguap. Metode ini dilakukan untuk bahan bahan yang tahan terhadap pemanasan.

Dilakukan dengan suhu 105°C selama 5 jam. Setelah pemanasan akan dihitung kadar airnya dengan rumus:

$$\%kadar\ air = \frac{\text{berat sampel awal} - \text{berat sampel akhir}}{\text{berat sampel awal}}$$

Metode ini dikembangkan oleh *Association Of Official Analytic Chemists* (AOAC) (1984). Uji kadar air dapat dilihat pada skema berikut:



**Gambar 3.4.** Skema Uji Kadar Air

### 3. Identifikasi Simplisia

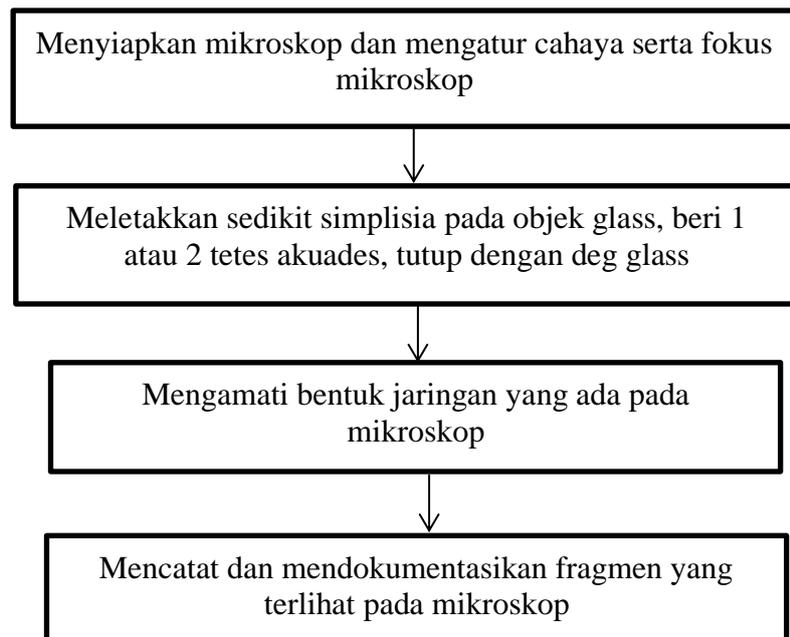
#### a. Uji Organoleptis

Uji organoleptis atau dikenal dengan uji indera atau uji sensori merupakan pengujian secara makroskopis dengan indera manusia sebagai alat ukur utama untuk pengukur daya. uji ini dilakukan dengan panca indera dilihat dari segi bentuk, rasa,

warna dan bau. Dalam setiap penerapan mutu, uji organoleptis sangat berperan penting (Gusnadi dkk., 2021).

**b. Uji Mikroskopik Simplisia Kulit Buah Naga**

Uji mikroskopis dilakukan untuk membuktikan bahwa sampel yg digunakan adalah benar simplisia kulit dan buah naga. Uji ini dilakukan dengan mengambil sedikit sampel simplisia kulit buah naga dan letakkan di objek glass kemudian tetesi dengan 1-2 tetes akuades lalu tutup dengan deg glass. Pengujian dilakukan menggunakan mikroskop dengan besaran lensa 10x. Skema pengujian simplisia kulit dan buah naga merah secara mikroskopik dapat dilihat pada bagan berikut:

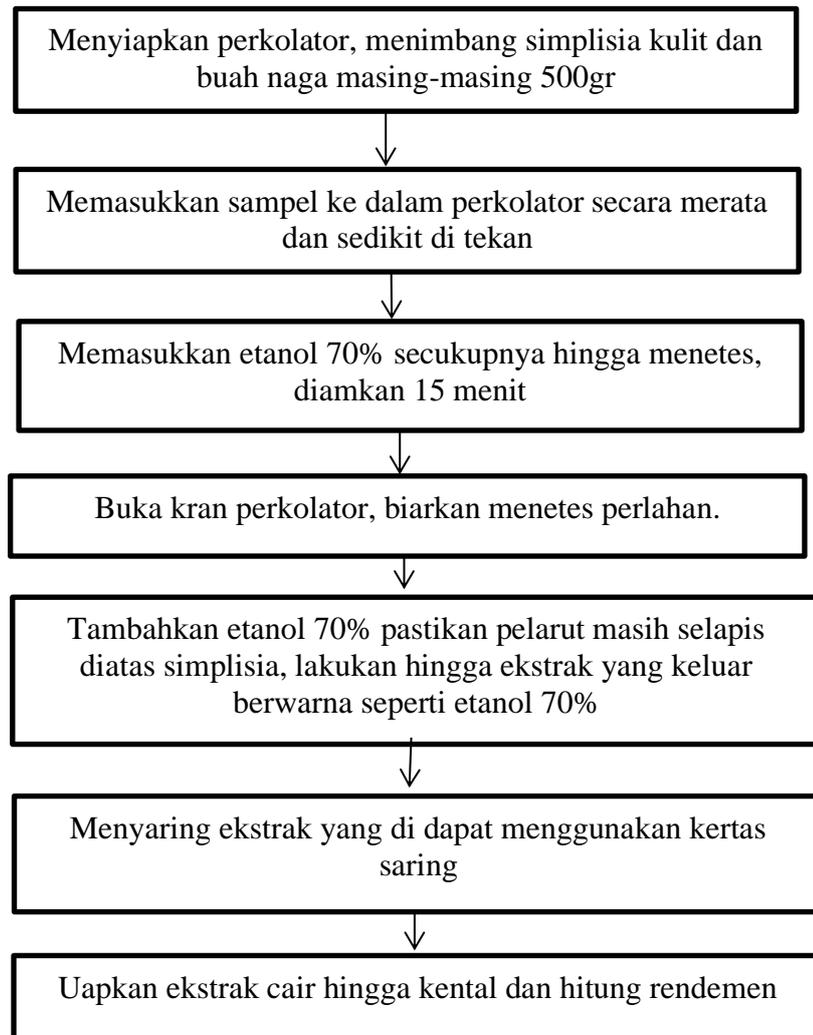


**Gambar 3.5.** Skema Uji Mikroskop Kulit Buah Naga Merah

#### **4. Proses Ekstraksi Kulit Buah Naga Merah Dengan Metode Perkolasi**

Proses ekstraksi dilakukan dengan metode perkolasi. Perkolasi merupakan proses masuk atau meresapnya air pada lapisan permukaan tanah secara gravitasi hingga mencapai lapisan tanah jenuh. Alat yang digunakan untuk melakukan proses perkolasi adalah perkolator. Pada perkolasi pelarut yang digunakan adalah etanol 70%, untuk perkolasi pelarut yang digunakan terus ditambah hingga proses ekstraksi selesai. Selesaiannya proses ekstraksi ditandai dengan ekstrak yang keluar dari perkolator berwarna seperti pelarutnya. Setelah ekstrak didapatkan selanjutnya menghitung rendemen ekstrak dengan rumus:

$$\text{rendemen} = \frac{\text{berat ekstrak kental (y)}}{\text{berat sampel (x)}} \times 100\%$$

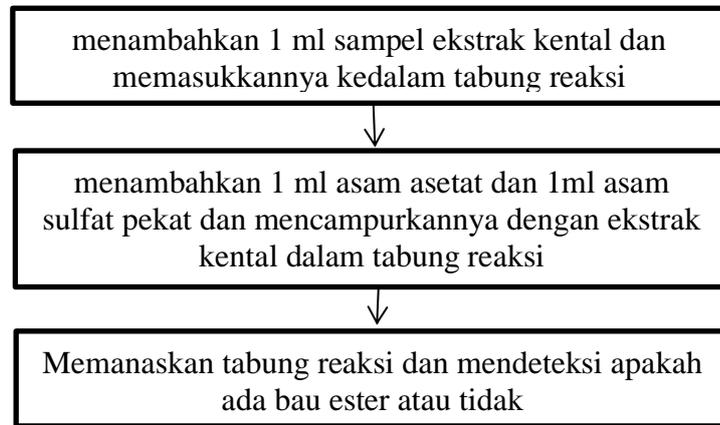


**Gambar 3.6** Skema Pembuatan Ekstrak Kulit Buah Naga Merah

## 5. Uji Bebas Etanol

Uji bebas etanol dilakukan dengan metode esterifikasi. Esterifikasi merupakan reaksi pembentukan ester dari alkohol dan asam karboksilat. Uji sampel bebas etanol dibuat dengan menambahkan 1 ml asam asetat dan 1 ml asam sulfat pekat ke dalam ekstrak sampel dan selanjutnya dilakukan homogenisasi. Tabung

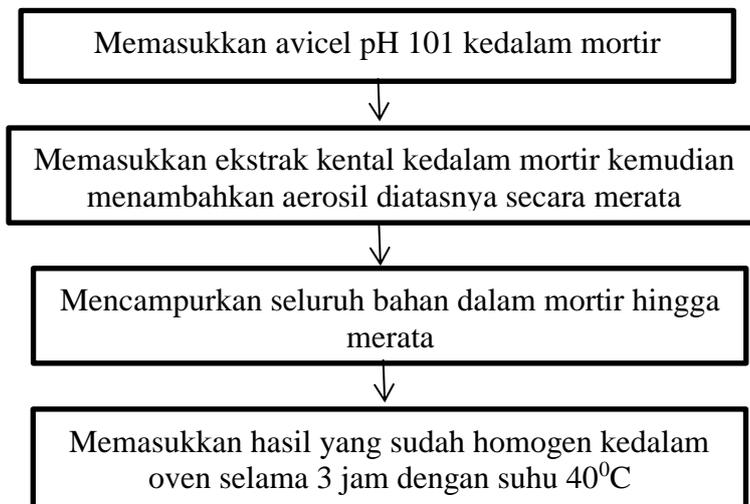
ditutup dengan kapas dan kemudian dipanaskan. Sampel dikatakan bebas etanol jika sudah tidak tercium bau ester.



**Gambar 3.7** Skema Uji Bebas Etanol

## 6. Pembuatan Ekstrak Kering Kulit Buah Naga Merah

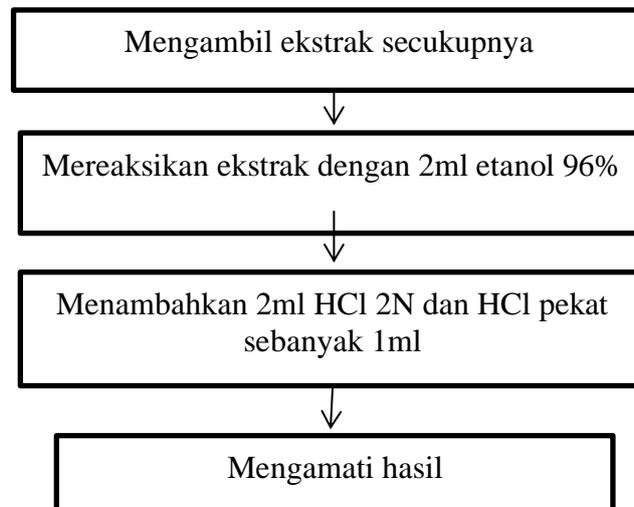
Pembuatan ekstrak kering dilakukan dengan pengeringan ekstrak kental dengan penambahan avicel pH 101 dan aerosil dengan perbandingan 90:20 (Ema F., dkk. 2023).



**Gambar 3.8** Skema Pembuatan Ekstrak Kering

## 7. Uji Senyawa Flavonoid

Pada penelitian ini dilakukan *skinning* fitokimia untuk mendeteksi kandungan flavonoid. Senyawa flavonoid adalah salah satu senyawa yang ada memiliki aktivitas antioksidan. Pengujian ini dilakukan dengan mereaksikan ekstrak dengan 2 ml etanol 96% dan 2 ml HCL 2N serta HCl pekat sebanyak 1 ml. Jika positif mengandung flavonoid hasil uji nya akan berwarna kuning, jingga hingga merah kecoklatan.



**Gambar 3.9** Skema Uji Senyawa Flavonoid

## 8. Formulasi Tablet *Effervescent*

Bobot tiap tablet adalah 2 gram dan tiap formulasi dibuat sebanyak 200 tablet dengan perbandingan ekstrak kulit buah naga merah dan serbuk buah lemon 1:1.

**Tabel 3.1.** Formulasi Tablet

Bahan	Formula (%)	Formula (g)	Standar	Kegunaan	Pustaka
Ekstrak kulit buah naga	10%	0,2	10%	Zat aktif	Pribadi, 2014
Serbuk buah lemon	10%	0,2	10%	Zat aktif	Pribadi, 2014
Asam sitrat	10%	0,2	8,5-16,96%	Sumber asam	Kholidah, dkk 2014
Asam tartat	20%	0,4	11,46-27,17%	Sumber asam	Kholidah, dkk 2014
Na bikarbonat	30%	0,6	34,45%	Sumber basa	Kholidah, dkk 2014
Mg stearat	1%	0,02	0,25-5%	Lubrikan	Wade, 1994
Aspartam	5%	0,10	1-5%	Pemanis	Rowe, dkk 2009
PVP	1%	0,02	0,5-5,0%	Pengikat	Hadisoewignyo dan Fudholi, 2013
Laktosa	Qs	0,86		Pengisi	

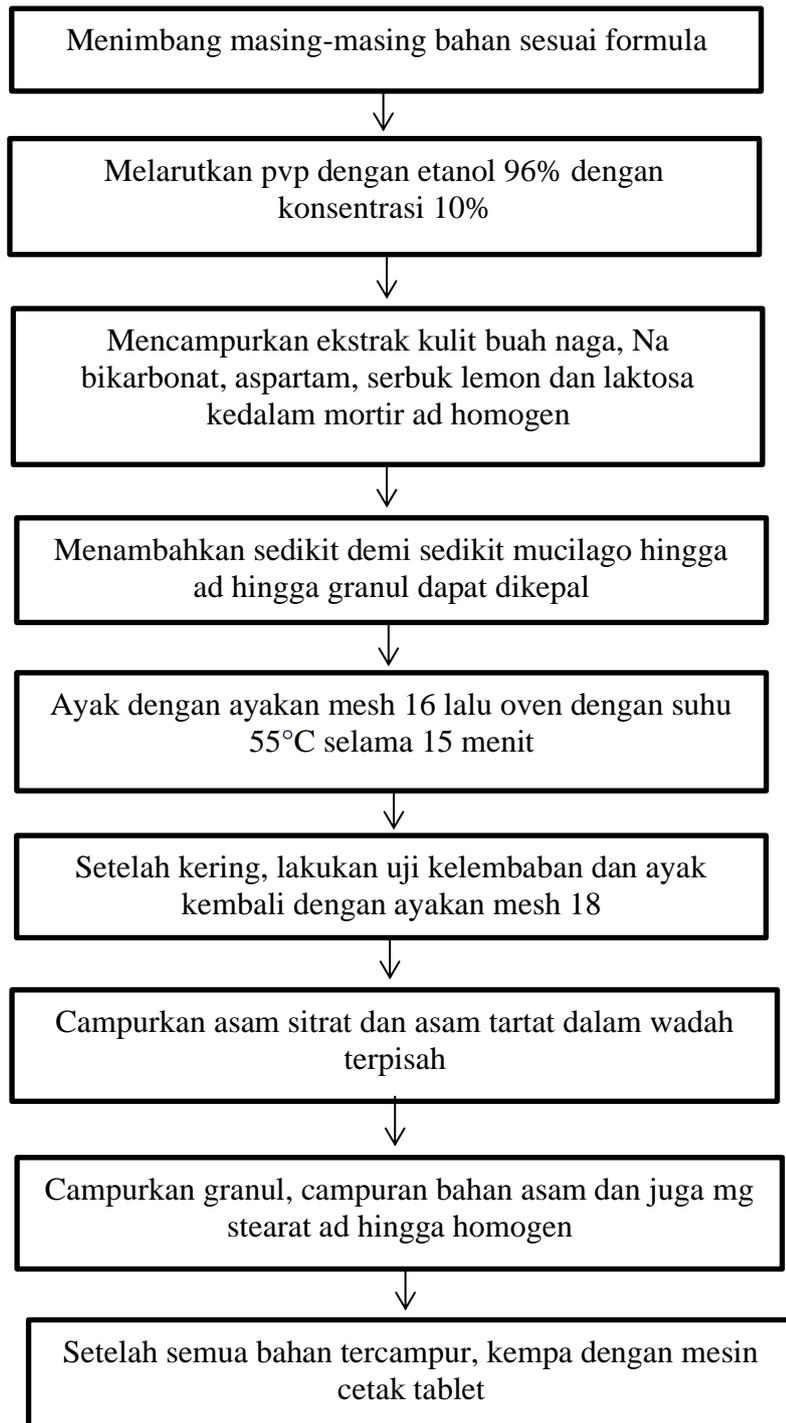
## 9. Pembuatan Tablet *Effervescent*

Pembuatan tablet *effervescent* dengan ekstrak kulit dan buah naga merah (*Hylocereus polyrhizus*) pada penelitian iini menggunakan metode granulasi basah. Granulasi basah dapat dilakukan pada bahan yang tahan panas karena pada prosesnya akan dilakukan pengeringan menggunakan oven.

Pada granulasi basah diperlukan pengikat dalam bentuk mucilago yang akan di campurkan dengan fase dalam. Pembuatan mucilago dibuat dari etanol 96% yang ditambahkan pada materi PVP menggunakan mortir dengan perbandingan 10% (b/v) (Hadisoewignyo dan Fudholi, 2013). Setelah mucilago terbentuk semua bahan yaitu; ekstrak kulit buah naga, serbuk buah lemon, asam sitrat, asam tartat, Na bikarbonat, PVP, Mg stearat, aspartam dan laktosa terlebih dahulu ditimbang sesuai kebutuhan.

Setelah ditimbang ekstrak kulit buah naga merah, Na bikarbonat, serbuk buah lemon, aspartam dan laktosa dicampur hingga homogen. Setelah homogen mucilago dimasukkan sedikit demi sedikit hingga menjadi massa yang siap digranulasikan atau dapat dikepal. Setelah terbentuk granul dilakukan pengayakan dengan ayakan nomor 16. Setelah dilakukan pengayakan granul di oven selama 15 menit dengan suhu 55°C. Kemudian dilakukan pengayakan kembali dengan ayakan nomor 18.

Pada proses ini dilakukan uji kelembaban granul, jika belum memenuhi standar yaitu 1%-5% (Voight, 1994) maka dilakukan kembali pengeringan dengan oven hingga kelembabannya memenuhi standar. Kemudian dilakukan penambahan zat pelicin yaitu mg stearat dan di aduk hingga menyatu. Dalam tempat terpisah asam sitrat dan asam tartat dihaluskan sebelum dicampurkan pada granul yang sudah dibuat. Setelah semua bahan tercampur, granul diuji pengujiannya antara lain; uji waktu alir, uji kompresibilitas dan uji sudut diam. Setelah melakukan semua pengujian kemudian granul akan dicetak menjadi bentuk tablet dengan bobot setiap tablet yaitu 3 gram.

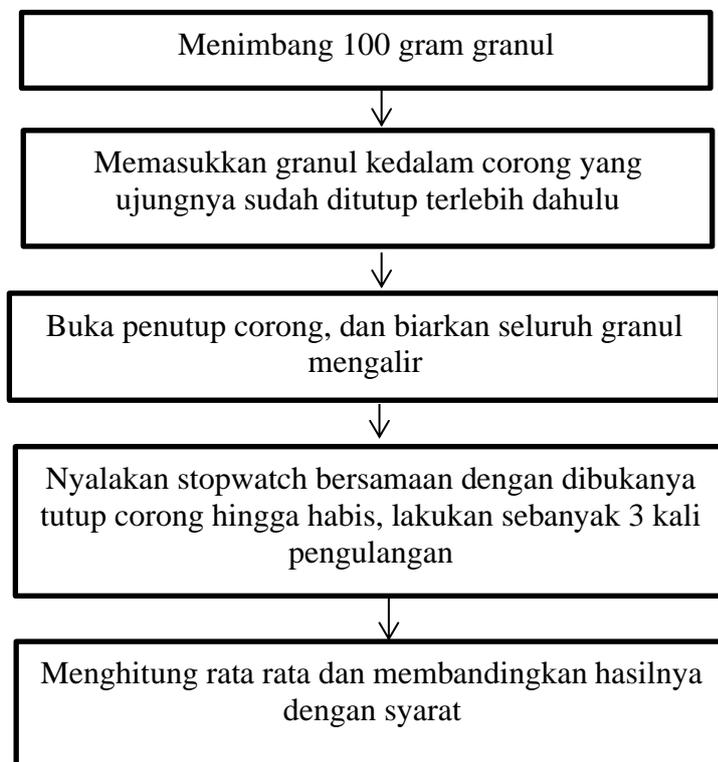


**Gambar 3.10** Skema Pembuatan Tablet Effervescent

## 10. Evaluasi Sifat Fisik Granul *Effervescent*

### a. Uji Waktu Alir

Uji waktu alir dilakukan dengan cara mengalirkan 100gr granul dari corong yang sebelumnya ditutup ujung nya. Waktu alir dihitung dari dilepasnya penutup corong hingga semua granul mengalir kebawah. Uji ini dilakukan sebanyak 3 kali. Menurut Hadisoewignyo dan Fudholi (2013) waktu alir granul dikatakan baik apabila dari 100 gram granul waktu alirnya tidak melebihi 10 detik.

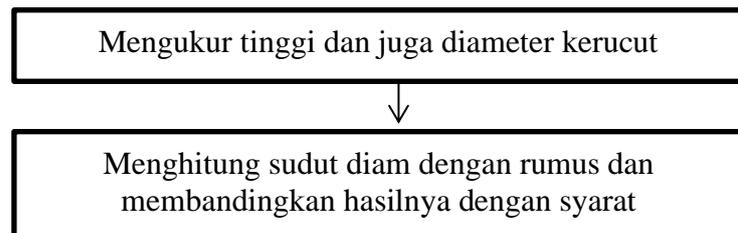


**Gambar 3.11** Skema Uji Waktu Alir

### b. Uji Sudut Diam

Uji sudut diam dilakukan dengan mengukur alas dan tinggi dari kerucut yang dihasilkan pada pengujian waktu alir. Menurut Lachman dkk (1994) nilai sudut diam yang baik berkisar  $30^{\circ}$ - $40^{\circ}$  dihitung dengan rumus:

$$\tan \alpha = \frac{\text{tinggi kerucut (h)}}{\text{jari jari kerucut (r)}}$$



**Gambar 3.12.** Skema Uji Sudut Diam

### c. Uji Kompresibilitas

Uji kompresibilitas dilakukan dengan memasukkan 100 gram granul kedalam gelas ukur yang kemudian dilakukan pengetukan selama 5 menit menggunakan kompresibilator. Setelah dilakukan pengetukan kemudian data volume sebelum pengetukan dan sesudah pengetukan dihitung dengan rumus:

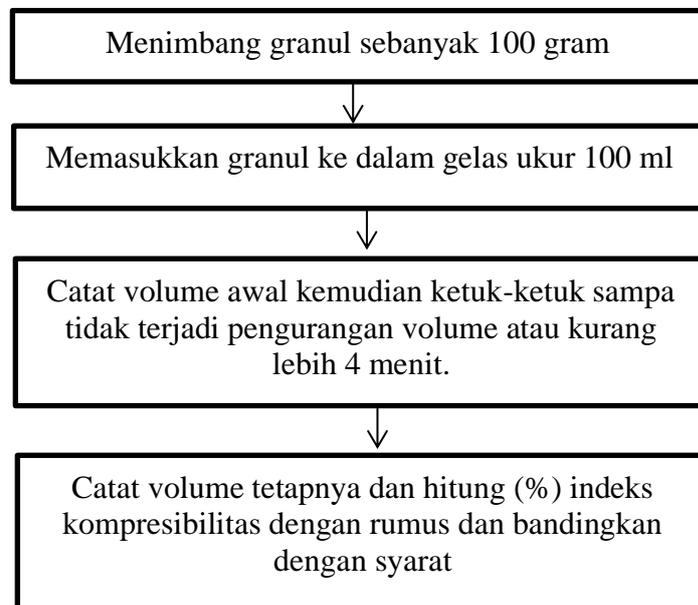
$$kp = \frac{v_0 - v_n}{v_0} \times 100\%$$

Keterangan :  $v_0$ = volume awal

$v_n$ = volume sesudah

Uji kompresibilitas dikatakan memenuhi syarat jika hasilnya tidak melebihi 20%. Dengan keterangan 5% - 11%

artinya baik sekali, 12% - 16% artinya baik, 18% - 21% artinya agak baik, dan 25% - 32% artinya buruk.



**Gambar 3.13** Skema Uji Kompresibilitas

## 11. Evaluasi Sifat Fisik Tablet *Effervescent*

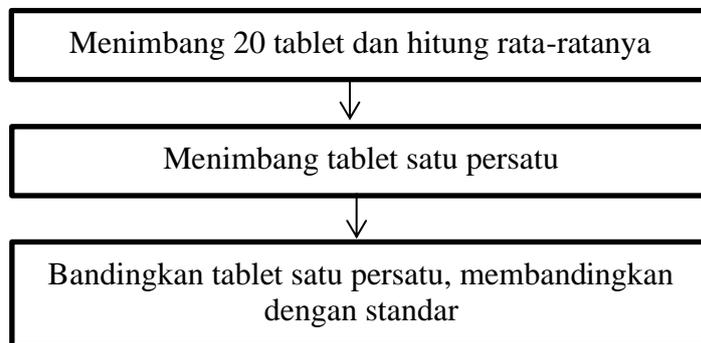
### a. Uji Organoleptis

Uji organoleptis dilakukan dengan mengambil 1 buah tablet untuk diamati secara fisik dari bentuk tablet, bau, warna dan juga rasa.

### b. Uji Keseragaman Bobot

Uji keseragaman bobot memerlukan 20 tablet yang ditimbang satu persatu menggunakan timbangan analitik. Berat rata-rata dari 20 tablet dihitung dan dihitung juga penyimpangannya. Tidak boleh ada 2 tablet yang menyimpang lebih besar ataupun lebih kecil dari 5% dan tidak boleh ada

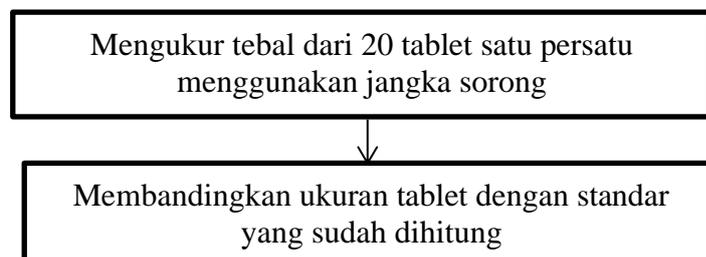
satupun tablet yang menyimpangi lebih dari ataupun kurang dari 10% (Departemen Kesehatan RI, 1979).



**Gambar 3.14** Skema Uji Keseragaman Bobot

#### c. Uji Keseragaman Ukuran

Uji keseragaman ukuran dilakukan menggunakan jangka sorong pada 20 tablet dengan mengukur diameter dan tebal tablet. Ketentuan keseragaman ukuran tablet adalah diameter tablet tidak lebih dari 3 kali dan tidak boleh kurang dari  $1^{1/3}$  tebal tablet. (Farmakope Indonesia edisi IV, 1979).



**Gambar 3.15** Skema Uji Keseragaman Ukuran Tablet

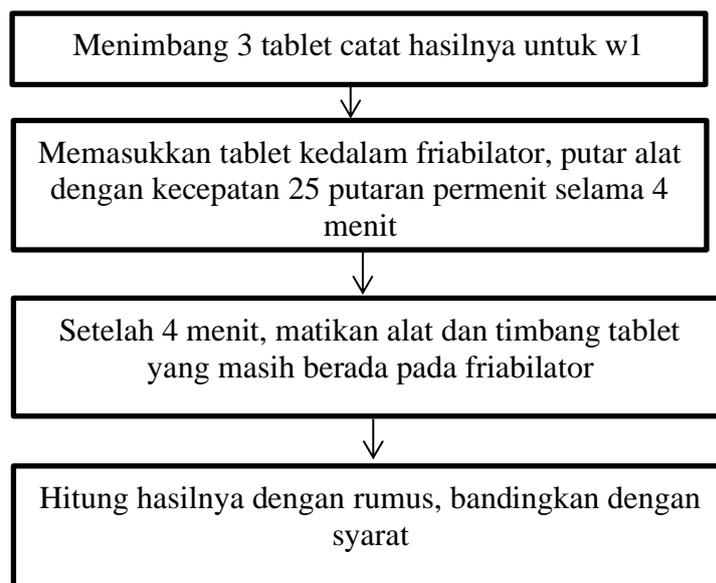
#### d. Uji Kerapuhan

Uji kerapuhan dilakukan menggunakan alat *friabilator*. Pengujian menggunakan 3 buah tablet yang diberi nomor terlebih dahulu dan ditimbang masing masing bobotnya. Setelah itu masukkan ke dalam *friabilator* yang dijalankan selama 4

menit setara 100 kali putaran. Setelah *friabilator* berhenti sisa tablet yang masih ada ditimbang kembali dan dihitung sesuai dengan bobot sesbelum dan sesudahnya menggunakan rumus:

$$\% \text{ kerapuhan} = \frac{w1 - w2}{w1} \times 100\%$$

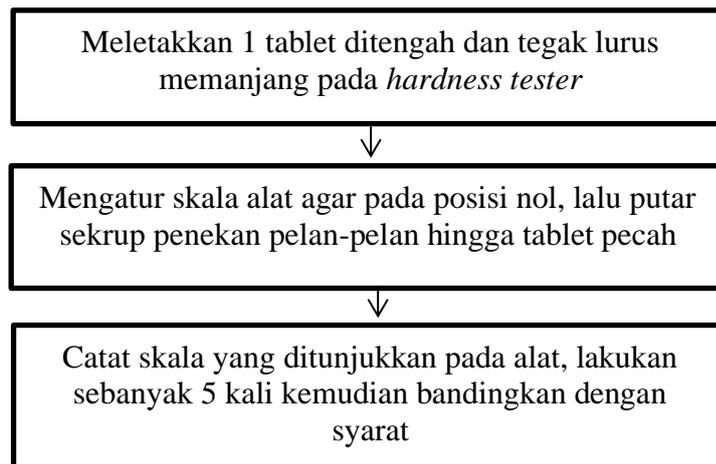
Menurut hadisoewigno (2013) persentase kerapuhan tablet yang baik adalah kurang dari 0,8%.



**Gambar 3.16** Skema Uji Kerapuhan

#### e. Uji Kekerasan

Uji kekerasan tablet dilakukan menggunakan 5 tablet untuk di uji dengan alat *hardness tester* satu persatu. Alir pada alat akan menjepit tablet dan untuk menambah beban pada *hardness tester* diputar hingga tablet terpecah. Besarnya tekanan pada tablet akan muncul dengan skala kilogram. Tablet *effervescent* yang baik akan pecah pada tekanan 4 sampai 8 kilogram. (Parrot, 1994)



**Gambar 3.17** Skema Uji Kekerasan Tablet

#### f. Uji Waktu Larut

Uji waktu larut merupakan pengujian yang paling utama untuk tablet *effervescent*. Pengujian ini dilakukan dengan cara sederhana yaitu dengan *beaker glass* yang berisi 200ml air. Mengamati waktu dari awal memasukkan tablet pada air hingga tablet larut sempurna dilakukan sebanyak 5 kali repetisi. Menurut Lachman (2008) tablet *effervescent* yang baik akan larut dalam waktu 1-5 menit.

## 12. Cara Analisis

### a. Pendekatan Teoritis

Pendekatan teoritis adalah dengan membandingkan hasil evaluasi sifat fisik tablet *effervescent* kombinasi ekstrak kulit buah naga merah (*Hylocereus polyrhizus*) dengan serbuk buah lemon (*Citrus limon* L.) dengan standar tablet *effervescent* yang ada pada farmakope indonesia dan pustaka atau literatur lainnya. Uji yang

dilakukan antara lain; uji organoleptis tablet, uji waktu alir granul, uji kompresibilitas granul, uji sudut diam granul, uji kekerasan tablet, uji keseragaman bobot tablet, uji waktu alir, uji kerapuhan tablet, dan uji kekerasan tablet.

**b. Pendekatan Statistik**

Data yang diperoleh pada penelitian ini akan dianalisa statistik dengan satu arah menggunakan metode uji *two-way anova* menggunakan *software SPSS (Statistical Program for Social Science)* versi 22 dengan taraf kepercayaan 15%.