

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan adalah ekstrak Rumput Laut, Air beras, propilenglikol, gliserin, Nipagin, citric acid, PEG 240, Butylene glycol, Water, Pottasium laurate, Na₄ EDTA dan aquademineralisata.

3.2 Peralatan Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah Magnetik stiker, gelas ukur (*pyrex*), beaker glass (*pyrex*), batang pengaduk, kaca arloji, pipet tetes, oven, cawan penguap, Krus porselen, objek glass, neraca analitik (Adam PW254), viscometer (Lamy Rheologi First Touch 15.04T. F016), pH-meter (Neomet pH-240L GJ-7726), tanur (Naberthem).

3.3 Lokasi Penelitian dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Farmasi Universitas Buana Perjuangan Karawang yaitu Laboratorium Teknologi Formulasi Sediaan, penelitian ini sudah dilaksanakan dari bulan Februari – Agustus 2020.

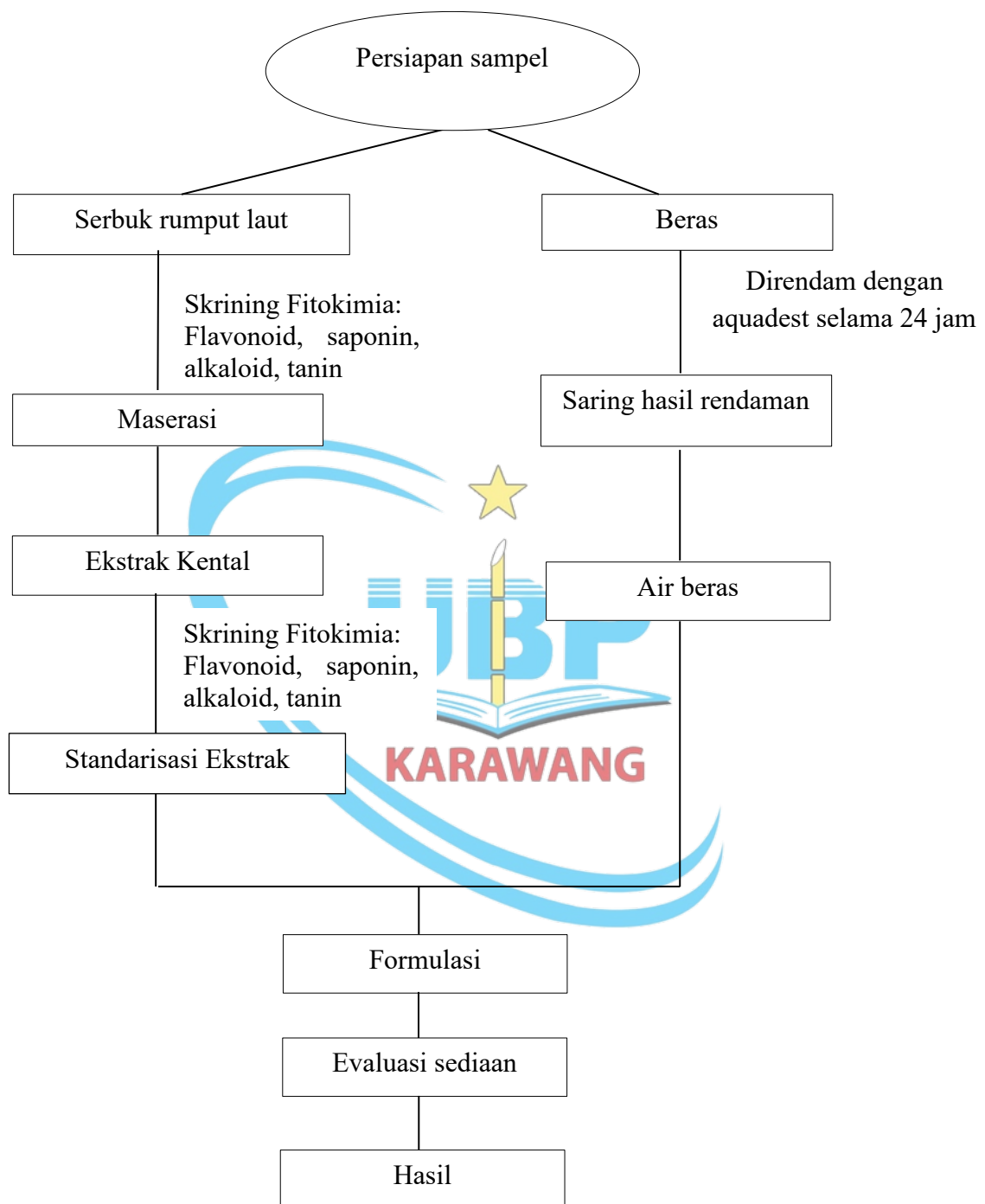
3.4 Formulasi Sediaan dan Prosedur

Berikut dibawah ini adalah formulasi serum *pudding* ekstrak rumput laut dan air beras dengan variasi konsentrasi ekstrak rumput laut yang berbeda.

Tabel 3.1 Formulasi Serum *pudding*

Bahan	Konsetrasi (%)			Fungsi	Range
	F1	F2	F3		
Ekstrak Rumput laut	2%	3%	4%	Zat aktif	-
Air Beras	70	70	70	Zat Aktif	-
Adeka Nol	5%	5%	5%	Gelling Agent	-
Gliserin	5%	5%	5%	Humektan	≤ 30%
Propilenglikol	2%	2%	2%	Humektan	≤ 50%
Asam sitrat	0.01%	0.01%	0.01%	Buffering Agent	0.1 – 2.0%
EDTA	0.10%	0.10%	0.10%	Chelating agent	0,005% - 0,1%
Nipagin	0.20%	0.20%	0.20%	Pengawet	0.3 – 2.0%
Parfume	0.10%	0.10%	0.10%	Pewangi	-
Aquadest	15%	14%	13%	Pelarut	-

3.5 Diagram Alir



3.6 Skrining Fitokimia

A. Identifikasi Flavonoid

Uji flavonoid dilakukan dengan menggunakan 200 mg sampel ekstrak dengan 2 tetes HCl pekat. Kocok kuat lalu tambahkan Mg serbuk dan kocok. Kemudian tambahkan Amil alkohol, bila sampel positif mengandung flavonoid terdapat buih – buih dan larutan berubah warna menjadi jingga (Harbone, 1987).

B. Identifikasi Tanin

Uji tanin dilakukan dengan menggunakan sampel ekstrak rumput laut yang telah diekstrak diambil sebanyak 20 mg ditambah etanol sampai terendam. Kemudian ditambahkan FeCl_3 1%. Hasil positif ditunjukkan dengan terbentuknya warna hitam kebiruan atau hijau (Cai sangi dkk., 2008).

C. Identifikasi Saponin

Timbang ekstrak sebanyak 2 gram kemudian masukan kedalam tabung reaksi, tambahkan aquadest dan panaskan selama 2-3 menit. kemudian dikocok kuat-kuat. Hasil positif menunjukkan busa yang persisten (Cai sangi dkk., 2008).

D. Identifikasi Alkaloid

Uji Alkaloid dilakukan menggunakan pereaksi dragendroff dan mayer. Sampel dimasukan kedalam tabung reaksi, kemudian tambahkan reagen dragendrof. Bila adanya perubahan warna jingga atau coklat menunjukkan hasil positif (Harbone, 1987).

3.7 Standarisasi Ekstrak

A. Parameter Spesifik

1. Organoleptik

uji organoleptik merupakan pengenalan awal yang sederhana seobjektif mungkin. Uji organoleptik dilakukan dengan pengamatan terhadap bentuk, warna, bau dan rasa (Depkes RI, 2000).

2. Penentuan kadar senyawa terlarut dalam pelarut tertentu

a. Kadar Senyawa yang terlarut dalam air

Sejumlah 2 gram ekstrak dimaserasi selama 24 jam dengan 20 ml air – kloroform, menggunakan labu bersumbat sambil dikocok

pada 6 jam pertama dan kemudian dibiarkan selama 18 jam, kemudian disaring. Diuapkan 10 ml hasil saringan hingga kering dalam cawan penguap, residu dipanaskan pada suhu 105°C sehingga bobot tetap.

Dihitung kadar dalam persen senyawa yang terlarut.

$$\% \text{ kadar senyawa larut dalam air} = \frac{W_2 - W_0}{W_1} \times \frac{100}{10} \times 100 \%$$

Keterangan :

W0 = berat cawan kosong

W1 = berat cawan + sampel yang digunakan

W2 = berat cawan + hasil pengeringan

b. Kadar senyawa yang terlarut dalam etanol

2 gram ekstrak dimaserasi selama 24 jam dengan 20 ml etanol 95% menggunakan labu tersumbat sambil sesekali dikocok pada 6 jam pertama dan kemudian dibiarkan selama 18 jam, kemudian disaring. Diuapkan 10 ml filtrat sehingga kering dalam cawan penguap, residu dipanaskan pada suhu 105°C hingga bobot tetap. Dihitung kadar dalam persen senyawa yang terlarut dalam air terhadap berat awal ekstrak pada ekstrak etanol (Depkes RI, 2002).

$$\% \text{ kadar senyawa larut dalam etanol} = \frac{W_2 - W_0}{W_1} \times \frac{100}{10} \times 100 \%$$

Keterangan :

W0 = berat cawan kosong

W1 = berat cawan + sampel yang digunakan

W2 = berat cawan + hasil pengeringan

B. Parameter Non spesifik

1. penetapan susut pengeringan

Ekstrak ditimbang sebanyak 1 gram sampai 2 gram dan dimasukkan kedalam botol yang sebelumnya telah dipanaskan pada suhu 105°C selama 30 menit. Sebelum ditimbang, ekstrak diratakan dalam botol timbang, dengan menggoyangkan botol hingga merupakan lapisan tebal kurang 5 mm sampai 10 mm, kemudian

masukan dalam ruang pengering. Dibuka tutupnya, keringkan pada suhu 105°C hingga botol tetap. Sebelum setiap pengeringan biarkan botol dalam keadaan tertutup dalam desikator, kemudian keringkan kembali pada suhu penetapan hingga bobot tetap (Depkes RI, 2000).

$$\% \text{ susut pengeringan} = \frac{W_1 - (W_2 - W_0)}{W_1} \times 100 \%$$

Keterangan :

W_0 = berat cawan kosong

W_1 = berat cawan + ekstrak

W_2 = berat cawan + hasil pengeringan

2. Kadar Air

Masukan kurang lebih 1 gram ekstrak dan timbang seksama dalam wadah yang telah ditara. Keringkan pada suhu 105°C selama 5 jam dan timbang . Lanjutkan pengeringan dan timbang pada jarak 1 jam sampai perbedaan antara 2 penimbangan berturut – turut tidak lebih dari 0,25 % (Depkes RI, 2000).

$$\% \text{ Kadar air} = \frac{W_1 - (W_2 - W_0)}{W_1} \times 100 \%$$

Keterangan :

W_0 = berat cawan kosong

W_1 = berat cawan + ekstrak

W_2 = berat cawan + hasil pengeringan

3. Kadar Abu total

Masukan kurang lebih 1 sampai 2 gram ekstrak yang telah digerus dan ditimbang, masukan kedalam krus silikat yang telah ditara, dipijarkan perlahan – lahan. Kemudian suhu di naikan secara bertahap hingga $600 \pm 25^{\circ}\text{C}$ sampai bebas karbon, selanjutnya didinginkan didesikator, serta ditimbang berat abu. Kadar abu dihitung dalam persen berat sampel awal (Depkes RI, 2000).

$$\% \text{ Kadar abu} = \frac{W_2 - W_0}{W_1} \times 100 \%$$

Keterangan :

W0 = berat cawan kosong

W1 = berat cawan + ekstrak

W2 = berat cawan + hasil pengeringan

3.8 Evaluasi Stabilitas Fisik

Pada uji stabilitas dilakukan penelitian terhadap sediaan selama 90 hari diperhatikan perubahan yang terjadi pada sediaan meliputi :

1. Uji Organoleptik

Uji organoleptik dilakukan secara visual dan dilihat secara langsung bentuk, warna dan bau dari sediaan serum pudding. (Mardhiani *et al.*, 2017).

2. Uji pH

Pengujian pH dilakukan dengan menggunakan pH meter yang dicelupkan ke dalam sampel serum pudding yang. Sediaan serum umumnya memiliki nilai pH kulit yaitu 4,5 – 6,5 (SNI 16-4380-1196).

3. Homogenitas

Pemeriksaan homogenitas dilakukan dengan cara mengoleskan serum pudding pada gelas objek kemudian ditempel dengan gelas objek lainnya. Dilihat secara visual ada atau tidaknya butiran kasar (Depkes RI, 1979)

4. Viskositas

Uji viskositas dengan menggunakan *viscometer lamy* dengan memasukan serum kedalam beaker glass 100 ml, kemudian gunakan spindle 2 dan turunkan spindle, serta atur kecepatan yang (Mardhiani *et al.*, 2017). Rentang nilai viskositas sediaan serum 3000-50000 cPs (SNI 16-4380-1996).

5. Daya sebar

Menimbang sampel sebanyak 0,5 gram kemudian sample diletakan pada dua gelas kaca objek berbentuk bulat. Beri beban sebanyak 150 gram dan diamkan selama 1 menit. Hitung diameter tetap (Yuniarto *et al.*, 2014).

3.9 Analisis Data

Data yang didapatkan dari hasil evaluasi fisik sediaan serum pudding yang terdiri dari organoleptik, homogenitas, pH, viskositas, dan daya sebar dianalisis menggunakan pengolahan data satview metode One Way ANOVA.