

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Jenis Penelitian**

Jenis Penelitian yang dilakukan pada penelitian ini yaitu penelitian observasi.

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

##### **3.2.1 Waktu penelitian**

Waktu penelitian dilakukan pada 28 Maret 2022 dan 27 April 2022.

##### **3.2.2 Tempat Penelitian**

Penelitian dilakukan di Laboratorium Farmasi Universitas Machung dan Laboratorium Kimia Politeknik Kesehatan Kemenkes Malang.

#### **3.3 Bahan dan Alat**

Bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu sampel jamu pegel linu yang diambil dari 3 toko berbeda, Natrium diklofenak p.a, toluene:etil asetat : asam asetat glasial (60:40:1), methanol, aquadest, kertas saring. Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah bejana kromatografi 20x20, Plat KLT, labu ukur, spatula, timbangan analitik, cawan penguap, batang pengaduk, beaker gelas, corong, pipet tetes, sinar uv 254nm dan 365 nm, spektrofotometri UV-Vis.

#### **3.4 Variabel Penelitian**

##### **3.4.1 Variabel Terikat**

Variabel terikat dalam penelitian ini adalah kandungan BKO natrium diklofenak dalam jamu.

##### **3.4.2 Variabel Bebas**

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah Jamu racikan serbuk yang tidak terdaftar nomor registrasinya.

### 3.5 Definisi Operasional Variabel

No.	Variabel	Definisi	Cara Ukur	Indikator
1.	Natrium Diklofenak	Natrium diklofenak sebagai BKO pada jamu pegel linu.	Analisis Kualitatif menggunakan KLT	Noda pada plat KLT
2.	Jamu	Jamu pegel linu berupa serbuk yang tidak terdaftar no registrasinya.	KLT	Nilai Rf

### 3.6 Metode Penelitian

#### 3.6.1 Teknik Sampling

Metode sampling yang digunakan pada penelitian ini adalah purposive sampling. Purposive sampling adalah teknik penentuan sampel dengan pertimbangan peneliti. Adapun kriteria yang dimaksud adalah :

- a. Jamu pegel linu berupa sediaan serbuk
- b. Jamu pegel linu racikan yang tidak mencantumkan No. Registrasi (Sugiyono, 2018)

Jumlah jamu pegel linu yang sesuai kriteria yang telah di tentukan di daerah kelurahan Merjosari adalah sebanyak 3 merk jamu yang berbeda. Terdapat 3 sampel yang berbeda dengan label sampel A, B dan C.

#### 3.6.2 Pembuatan Larutan baku pembanding natrium diklofenak

Ditimbang Natrium diklofenak p.a 25 mg dimasukan labu ukur 10 ml dilarutkan dengan methanol 50 ml dikocok ad homogeny (Niemi,2019).

### **3.6.3 Pembuatan Fase gerak**

Diukur Toluene : Etil Asetat : Asam Asetat Glasial (60:40:1) masing-masing eluen dipipet 29,7 ml: 19,8 ml: 0,5 ml lalu dimasukkan dalam labu ukur kemudian di kocok hingga homogeny (abdul,2013)

### **3.6.4 Persiapan sampel**

Ditimbang sampel jamu kurang lebih 1 gram di masukkan ke dalam erlenmeyer, di tambahkan metanol sebanyak 20 ml, kemudian dikocok selama 20 menit dan disaring. Diulangi percobaan sebanyak 3 kali (elliya,2019).

### **3.6.5 Kontrol Positif**

Ditimbang sampel jamu  $\pm 1$  gram di masukkan ke dalam Erlenmeyer, kemudian ditambahkan 10 mg natrium diklofenak, lalu tambahkan metanol 20 ml, kocok selama 20 menit dan disaring. Ulangi percobaan sebanyak 3 kali (Niami,2019).

### **3.6.6 Penjenuhan chamber**

Dibersihkan chamber dengan dicuci dan keringkan dengan hair dryer. Dijenuhkan chamber dengan cara dilapisi chamber dengan kertas saring lalu dituangkan eluen Toluene : Etil asetat : Asam asetat glasial (60:40:1) hingga tinggi eluen 0,5 cm sampai 1 cm. Kemudian ditutup rapat dan dibiarkan jenuh yang ditandai dengan eluen naik sampai keatas kertas saring atau seluruh kertas saring basah (Niami,2019).

### **3.6.7 Pengujian dengan KLT**

1. Disiapkan plat KLT dengan ukuran 6x12 cm kemudian ditandai tempat penotolan garis bawah dengan jarak 1 cm dari pinggir bawah plat dan ditandai garis batas atas berjarak 1 cm dari pinggir bagian atas plat.
2. Dibilas pipet kapiler yang digunakan untuk penotolan dengan metanol.

3. Larutan sampel ditotolkan pada garis awal plat yang berjarak 1 cm dari tepi plat menggunakan pipa kapiler yang telah dibilas metanol secara tegak lurus
4. Larutan baku ditotolkan pada garis awal plat yang berjarak 1 cm dari tempat penotolan sampel menggunakan pipa kapiler yang telah dibilas metanol secara tegak lurus.
5. Plat KLT dimasukkan ke dalam chamber yang telah dijenuhkan dengan eluen, kemudian chamber ditutup dan dibiarkan beberapa saat sampai eluen naik.
6. Plat KLT diangkat kemudian di keringkan dengan diangin-anginkan.
7. Diletakkan plat silika di bawah lampu sinar UV dengan panjang gelombang 254 nm dan 365 nm, kemudian tandai bercaknya.
8. Diulangi semua prosedur penotolan sebanyak 3x untuk memastikan kebenaran identifikasi.
9. Dihitung harga Rf (elliya,2019)

### **3.6.8 Pengujian Spektrofotometri UV-Vis**

1. Noda pada plat KLT dilihat pada UV 254nm, lalu ditandai noda yang diduga mengandung senyawa natrium diklofenak
2. Masing-masing noda yang ditandai dikerok kemudian dimasukkan tabung reaksi ditambahkan methanol  $\pm 5$  mL di kocok ad larut
3. Setelah semua terlarut di sonifikasi  $\pm 30$  menit
4. Dilakukan pengujian dengan spektrofotometri untuk melihat panjang gelombang tiap noda
5. Hasil dicatat