

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Rancangan Penelitian

3.1.1 Jenis Penelitian

Jenis penelitian yang digunakan adalah experimental yaitu dengan melakukan uji laboratorium untuk mengetahui analisa (BKO) natrium diklofenak dengan menggunakan dua uji yaitu uji Kromatografi lapis tipis dan pereaksi KMnO_4 pada jamu asam urat.

3.1.2 Waktu dan Tempat Penelitian

Adapun waktu dan tempat penelitian dilaksanakan di Laboratorium Kimia Fakultas Kesehatan Universitas Muhammadiyah Gresik. Penelitian ini dilaksanakan pada bulan November 2023 sampai Mei 2024.

3.2 Bahan dan Alat

3.2.1 Bahan penelitian

Adapun bahan untuk uji KLT dan uji KMnO_4 yang diperlukan adalah sebagai berikut: Etil asetat : n-heksana (7:3), KMnO_4 (Kalium Permanganat) 1 M, etanol, Aquades, sampel jamu asam urat yang tidak bermerk dan belum memiliki izin edar.

3.2.1 Alat penelitian

Alat yang di gunakan dalam penelitian ini adalah lampu UV 254, chamber, plat KLT silica gel GF 254, timbangan analitik, beaker glass, kertas perkamen, gelas arloji, batang pengaduk, kaca penutup, kertas saring, pipet tetes, dan cawan.

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Uji KLT

1. Preparasi sampel

Timbang 25 g sampel jamu asam urat, dimasukkan ke dalam beaker glass, ditambahkan 15 ml etanol, diaduk dengan batang pengaduk, dipindahkan ke botol kaca gelap dengan cara disaring (Roni dan Minarsih, 2021).

2. Pembuatan Larutan Baku Natrium Diklofenak

Standar natrium diklofenak ditimbang sebanyak 50 mg, dimasukkan ke beaker glass di tambahkan etanol 96%. Kemudian di pindahkan ke dalam labu takar 50 ml menggunakan corong gelas, lalu tambahkan etanol 96% hingga garis batas (Andini *et al.*, 2022).

3. Persiapan dan Pembuatan Fase gerak dan Fase diam.

Fase Gerak dibuat menggunakan perbandingan antara Etil Asetat dan n-Heksan 7:3 . Penjenuhan dengan kertas saring, chamber yang akan digunakan dibersihkan dan dikeringkan terlebih dahulu. Penjenuhan fase gerak dilakukan dengan meletakkan kertas saring pada salah satu sisi dinding chamber yang sudah terisi dengan fase gerak. Salah satu bagian kertas saring harus selalu tercelup di dalam fase gerak. Chamber harus tertutup rapat dan tidak boleh digeser penempatannya. Kertas saring didiamkan hingga fase gerak terelusi naik atau sampai semua permukaan kertas saring basah. Penjenuhan bejana diperlukan untuk memperoleh pemisahan yang baik.

Fase diam dengan cara diperhatikan kondisi Silika Gel GF254. Silika Gel GF254 tidak boleh disentuh bagian permukaan yang berwarna putihnya. Silika Gel GF254 kemudian diberi garis pensil yang ditandai batas dari bawah diberi jarak 1 cm, jarak perambatan eluen 8 cm, dan batas dari atas diberi jarak 1 cm. Untuk tempat penotolan larutan uji diberikan skala masing-masing 1 cm (Padanun dan Minarsih, 2021)

4. Analisis kualitatif dengan KLT

Chamber dijenuhkan dengan fase gerak etil asetat: n-heksana (7: 3). Sampel jamu yang telah dipreparasi dan standar natrium diklofenak ditotolkan bersampingan menggunakan pipa kapiler pada plat KLT. Masukkan plat KLT pada chamber yang telah jenuh, tunggu hingga fase gerak mengelusi sampel dan standar. Setelah elusi fase gerak mencapai garis batas, plat KLT dikeluarkan dari chamber, dan dikeringkan dengan *hair dryer*. Spot yang terbentuk pada plat KLT diamati di bawah lampu 254, kemudian dihitung nilai Rf-nya (Andini *et al.*, 2022).

Rf dinyatakan positif Jika selisih antara bercak larutan uji dan bercak larutan pembanding kurang dari 0,05, maka sampel tersebut dianggap positif mengandung BKO. Jika selisihnya lebih dari 0,05, maka sampel tersebut dianggap negatif mengandung BKO (Saputri *et al.*, 2017).

$$R_f = \frac{\text{Jarak rambat sampel}}{\text{Jarak rambat pelarut}}$$

5. UJI KMnO₄

Sampel yang telah diekstraksi diambil 1 mL, dimasukkan ke dalam tabung reaksi terpisah kemudian masing-masing ditambahkan KMnO₄ akan berubah warna menjadi coklat bila direaksikan dengan senyawa yang memiliki ikatan rangkap (Dewi *et al.*, 2020).

3.4 Analisis data

Hasil uji KLT akan disajikan seperti Tabel 3.1

Tabel 3. 1 Hasil Analisis Kualitatif Natrium Diklofenak secara KLT

No	sampel	Nilai Rf	Hasil
1			
2			

Diketahui : positif jika Rf yang di hasilkan ,mendekati Rf standar Natrium Diklofenak =0,92

Hasil uji KMnO₄ akan di sajikan seperti Tabel 3.2

Tabel 3. 2 Hasil Analisis Kualitatif Secara KMnO₄

No	sampel	Warna semula	Perubahan warna
1			
2			

Diketahui : positif jika menghasilkan warna coklat