

BAB III

METODE PENELITIAN

1.1.Rancangan Penelitian

Penelitian ini merupakan jenis penelitian deskriptif eksperimental. Penelitian deskriptif adalah suatu penelitian yang dilakukan untuk memberikan gambaran atau deskripsi dimana tidak adanya kontrol dan manipulasi variabel penelitian sedangkan data ataupun hasil diperoleh dengan melakukan eksperimen di laboratorium (Arikunto, 2005).

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Farmasi Program Studi Farmasi Fakultas Sains, Teknologi dan Kesehatan Universitas Sahid Surakarta pada bulan Maret 2022.

1.2.Populasi dan Sampel Penelitian

a. Populasi

Populasi dalam penelitian ini adalah krim pemutih wajah yang beredar di Toko X Kabupaten Klaten.

b. Sampel

Pengambilan sampel pada penelitian ini dengan menggunakan metode *purposive sampling*. Metode *purposive sampling* adalah teknik pengambilan sampel dengan pertimbangan tertentu.

1) Kriteria inklusi

Kriteria inklusi dalam penelitian ini adalah

a) Krim pemutih wajah yang beredar di Toko X Kabupaten Klaten.

- b) Krim pemutih wajah bermerek
 - c) Krim pemutih wajah tidak teregistrasi BPOM.
- 2) Kriteria eksklusi

Kriteria eksklusi dalam penelitian ini adalah sediaan krim pemutih wajah bermerek yang telah teregistrasi BPOM dan beredar di Toko X Kabupaten Klaten.

Adapun langkah – langkah peneliti untuk mengambil subjek menjadi sampel adalah sebagai berikut :

- 1) Menentukan Toko X di Kabupaten Klaten yang akan menjadi tempat penelitian dengan pertimbangan yang banyak menjual produk krim pemutih wajah.
- 2) Menentukan subjek yang akan dijadikan sampel dalam penelitian ini ialah krim pemutih wajah yang beredar di Toko X Kabupaten Klaten yang tidak teregistrasi BPOM.

Berdasarkan hasil survey yang telah peneliti lakukan sebelumnya, diketahui jumlah krim pemutih wajah yg beredar di Toko X Kabupaten Klaten sebanyak 28 merek, 22 merek krim pemutih wajah sudah teregistrasi BPOM sedangkan 6 merek krim pemutih wajah tidak teregistrasi BPOM.

Menurut Arikunto (2010) apabila jumlah populasi lebih dari 100 maka pengambilan sampel 10-15% atau 20-25% atau lebih. Apabila jumlah sampel kurang dari 100 maka sampel diambil semuanya. Dalam hal ini peneliti memutuskan untuk mengambil

semua sampel yang termasuk dalam kriteria penelitian yaitu krim pemutih wajah yang tidak teregistrasi BPOM karena jumlahnya hanya sedikit. Sampel krim pemutih wajah sebanyak 6 sampel yang kemudian diinisialkan dengan A, B, C, D, E, dan F.

1.3.Instrumen Penelitian

Instrumen pada penelitian meliputi alat dan bahan sebagai berikut :

a. Alat

Timbangan analitik (*AND GF-300*), labu ukur (*Pyrex*), cawan penguap (*Pyrex*), corong kaca (*Herma*), pipet volume (*Iwaki*), gelas ukur (*Pyrex*), spektrofotometer *UV-Vis* (*Genesys*), plat tetes dan batang pengaduk.

b. Bahan

Hidrokuinon p.a (*Eastman*), FeCl_3 1% (Besi (III) Klorida) (*Merck*), Na_2SO_4 anhidrat (*Merck*), HCl 4N (*Merck*), etanol p.a (*Merck*), etanol 96% (*Merck*), kertas saring (*Whatmann*) dan sampel krim pemutih wajah.

1.4.Variabel Penelitian

a. Variabel Bebas

Variabel bebas pada penelitian ini adalah krim pemutih wajah yang beredar di Toko X Kabupaten Klaten.

b. Variabel Terikat

Variabel terikat pada penelitian ini adalah kadar hidrokuinon (%) b/b dalam krim pemutih wajah.

1.5. Definisi Operasional

- a. Krim pemutih adalah sediaan krim yang berbentuk kosmetik dan merupakan campuran bahan kimia atau bahan lainnya yang digunakan untuk memutihkan kulit yang bermerek dan tidak teregistrasi BPOM.
- b. Kadar hidrokuinon adalah besarnya kandungan hidrokuinon dalam krim pemutih yang dinyatakan dalam satuan persen (%) b/b.
- c. Uji kualitatif hidrokuinon adalah suatu uji untuk mengetahui adanya kandungan zat hidrokuinon yang terkandung dalam sampel krim pemutih wajah.
- d. Uji kuantitatif hidrokuinon adalah suatu uji untuk menentukan besarnya kadar zat hidrokuinon yang terkandung dalam sampel krim pemutih wajah dengan metode spektrofotometri *UV-Vis*.

1.6. Rencana Jalannya Penelitian

Langkah-langkah yang dilakukan peneliti dalam melaksanakan penelitian ini adalah :

1.6.1. Tahap Persiapan

Tahap ini dilakukan pengajuan dan penyusunan proposal penelitian skripsi yang sesuai dengan judul kepada pembimbing dan dilanjutkan dengan seminar proposal. Peneliti mengurus ijin penelitian ke Fakultas

Sains, Teknologi dan Kesehatan Universitas Sahid Surakarta selanjutnya peneliti mengambil sampel krim pemutih di Toko X Kabupaten Klaten dan dilanjutkan penelitian di Laboratorium Kimia Farmasi Fakultas Sains, Teknologi dan Kesehatan Universitas Sahid Surakarta.

1.6.2. Tahap Pelaksanaan

a. Uji Kualitatif

Sampel krim pemutih ditimbang sebanyak 1 gram diletakkan diatas plat tetes kemudian ditambah dengan pereaksi FeCl_3 sebanyak 3 tetes. Apabila sampel positif mengandung hidrokuinon maka akan terjadi perubahan warna pada sampel menjadi berwarna hijau sampai hitam (Simaremare, 2019).

Hidrokuinon apabila ditambahkan dengan FeCl_3 akan menghasilkan senyawa kompleks. Senyawa kompleks terbentuk karena unsur O pada hidrokuinon berikatan dengan FeCl_3 membentuk reaksi yang menghasilkan warna hijau dalam kondisi asam (Simaremare, 2019).

b. Verifikasi Metode

1) Uji Presisi

Presisi adalah ukuran tingkat keterulangan metode analisis yang ditampilkan dalam simpangan baku relatif dari sampel yang berbeda secara signifikan dan secara statistik (Gandjar, I.G dan Rohman, 2007). Uji presisi dilakukan dengan mengukur serapan larutan baku hidrokuinon pada masing-masing konsentrasi

sebanyak 3 kali pada panjang gelombang serapan maksimum yaitu 293nm (Yulia, 2020). Hasil absorban yang didapatkan digunakan untuk menghitung :

$$\text{Rata-rata absorban} : \bar{y} = \frac{y_1 + y_2 + y_3}{n}$$

$$\text{Standar Deviation (SD)} : SD = \sqrt{\frac{\sum(y - \bar{y})^2}{n-1}}$$

$$\text{Relative Standar Deviation (RSD)} : \%RSD = \frac{SD}{\bar{y}} \times 100\%$$

$$\text{Ketelitian Alat} : 100\% - \frac{SD}{\bar{y}}$$

2) Uji Akurasi

Pengukuran akurasi pada pengujian suatu senyawa dapat dilakukan dengan membandingkan hasil pengukuran dengan bahan standar. Data yang diperoleh dinyatakan dengan nilai perolehan kembali atau % *recovery* (Gandjar, I.G., dan Rohman, 2007). Uji akurasi dilakukan dengan cara menambahkan larutan krim pemutih yang tidak terdeteksi mengandung hidrokuinon dengan larutan standar konsentrasi tertentu kemudian di ukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dengan menggunakan Spektrofotometer *UV-Vis* (Carissa, 2015).

$$\% \text{ recovery} = \frac{\text{kadar perolehan}}{\text{kadar sebenarnya}} \times 100\%$$

3) Linearitas

Uji Linearitas dapat dilakukan dengan menghitung secara statistik melalui koefisien korelasi dari konsentrasi dan absorbansi larutan baku (Gandjar, I.G., dan Rohman, 2007). Linearitas dapat

tercapai apabila nilai koefisien korelasi (r) semakin mendekati 1 ($r = +1$ atau $r = -1$). Nilai r yang mendekati 1 menandakan hubungan antara linier antara konsentrasi analit dengan absorbansi yang terukur (Simaremare, 2019).

Rumus : $y = a + bx$

Ket : y = menyatakan absorbansi

a = tetapan regresi (menyatakan intersep)

b = koefisien regresi (menyatakan slope = kemiringan)

x = konsentrasi

4) **Batas Deteksi (*Limit of Detection, LOD*) dan Batas Kuantifikasi (*Limit of Quantification, LOQ*).**

Batas deteksi merupakan konsentrasi analit yang masih dapat terdeteksi walaupun tidak selalu dapat dikuantifikasi. Batas kuantifikasi adalah konsentrasi analit terendah dari sampel yang dapat ditentukan dengan presisi dan akurasi yang dapat diterima pada kondisi operasional metode yang digunakan. Batas deteksi dan batas kuantifikasi dapat dihitung secara statistik melalui persamaan regresi linier dari kurva standar. Absorbansi larutan baku hasil pengukuran dimasukkan ke dalam persamaan regresi linear yang diperoleh $y = a + bx$ (Carissa, 2015).

Rumus perhitungan LOD dan LOQ :

$$LOD = \frac{3 \cdot SD}{b}$$

$$LOQ = \frac{10 \cdot SD}{b}$$

b. Uji Kuantitatif

1) Pembuatan Larutan Baku Hidrokuinon

Sebanyak 100 mg hidrokuinon murni ditimbang kemudian dilarutkan dalam 5 mL etanol p.a. Larutan dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan etanol p.a sampai tanda batas 100 mL, larutan dikocok sampai homogen sehingga didapatkan konsentrasi larutan baku hidrokuinon 1000 $\mu\text{g/mL}$ atau 1000 ppm dalam etanol p.a. Ambil sebanyak 3 mL larutan hidrokuinon 1000ppm, selanjutnya dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan etanol p.a ditambahkan sampai tanda batas sehingga didapatkan larutan baku dengan konsentrasi 30 ppm (Yulia, 2020).

2) Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan dengan mengukur serapan larutan baku 9 ppm pada panjang gelombang 200-400 nm. Sebanyak 3 mL larutan baku 9 ppm dimasukkan ke dalam kuvet kemudian diukur pada panjang gelombang 200-400 nm dengan blanko etanol p.a. Panjang gelombang maksimum yaitu panjang gelombang dengan nilai absorbansi maksimal (Yulia, 2020).

3) Pembuatan Kurva Kalibrasi Standar

Pembuatan kurva kalibrasi standar dilakukan dengan cara membuat larutan standar hidrokuinon dalam etanol p.a dengan beberapa seri variasi konsentrasi yaitu 6; 12; 18; 24; 30 ppm.

Sebanyak 2; 4; 6; 8; 10 mL larutan baku 30 ppm, masing-masing dimasukkan kedalam labu ukur 10 mL kemudian ditambahkan etanol p.a sampai dengan tanda batas lalu dikocok hingga homogen sehingga didapatkan larutan dengan konsentrasi 6; 12; 18; 24; 30 ppm. Kemudian dilakukan pengukuran absorbansi pada panjang gelombang maksimum hasil pada pengukuran panjang gelombang sebelumnya dan digunakan etanol p.a sebagai blanko. Kurva standar dibuat dengan membuat regresi linier antara konsentrasi dengan absorbansi (Musiam *et al.*, 2019).

4) Penetapan Kadar Hidrokuinon

Masing-masing sampel ditimbang sebanyak 1,2 g, tambahkan 6 tetes HCl 4N dan 10 mL etanol 96% selanjutnya dipanaskan. Sampel disaring menggunakan kertas saring yang didalamnya telah berisi dengan 1 g natrium sulfat dan dimasukan ke dalam labu ukur 10 mL. Etanol 96 % ditambahkan kedalamnya hingga 10 mL kemudian dikocok hingga homogen. Larutan uji disiapkan dengan memipet 0,5 mL larutan sampel yang telah diekstraksi kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 5 mL dan ditambahkan etanol 96% hingga tanda batas, digojog hingga homogen. Larutan uji dimasukan ke dalam kuvet pada instrument spektrofotometri *UV-Vis*. Absorbansi larutan uji diukur pada panjang gelombang maksimum. Larutan uji dihitung kadarnya

dengan menggunakan rumus persamaan regresi dan kurva kalibrasi (Fahira *et al.*, 2021).

1.6.3. Tahap Penyelesaian

Tahap ini penelitian selesai dilakukan dan data sudah didapatkan, maka selanjutnya akan dilakukan analisis data dan penyusunan hasil, perhitungan, dan pembahasan dari hasil penelitian yang didapatkan.

1.7. Analisa Data

Analisis dengan menggunakan metode spektrofotometri *UV-Vis* dilakukan dengan cara mengukur absorbansi masing-masing larutan sampel. Absorbansi yang didapatkan dari hasil pengukuran sampel dengan spektrofotometri *UV-Vis* dimasukkan dalam persamaan regresi yang diperoleh dari kurva baku yaitu $y = a + bx$ untuk mengetahui kadar hidrokuinon (%) b/b yang terkandung dalam sampel krim pemutih wajah bermerek yang tidak teregistrasi BPOM. Dimana $y = a + bx$ yaitu :

y = menyatakan absorbansi

x = konsentrasi

b = koefisien regresi (menyatakan slope = kemiringan)

a = tetapan regresi (menyatakan intersep)

Sampel dalam penelitian ini akan mendapatkan 3 kali perlakuan pada masing-masing sampel. Sampel yang diujikan sebanyak 6 merek yang mewakili produk krim pemutih wajah yang beredar di pasaran dimana masing-masing merek krim pemutih ini akan diinisialkan dengan huruf A, B, C, D, E,

F. Data yang didapatkan setelah pengujian dengan spektrofotometer *UV-Vis* kemudian dimasukkan kedalam tabel untuk dilakukan analisa.