

## **BAB III METODE PENELITIAN**

### **A. Populasi dan Sampel Penelitian**

#### **1. Populasi penelitian**

Populasi dalam penelitian ini adalah krim pemutih dengan merek yang tidak teregistrasi di BPOM, merek krim yang memiliki nomor registrasi palsu yang diperiksa pada *website* <https://cekbpom.pom.go.id/>, produk yang memiliki harga di bawah Rp. 50.000, serta merupakan produk krim pemutih siang berwarna kuning yang beredar di toko *online*.

#### **2. Sampel penelitian**

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel yang diambil dari total populasi yaitu 5 merek krim pemutih yang beredar di toko *online*.

### **B. Lokasi Penelitian**

Lokasi pembelian krim pemutih dilakukan secara *online*, tahap analisis kualitatif dan preparasi sampel dilakukan di Laboratorium Kimia Universitas Setia Budi, sedangkan tahap pemeriksaan absorbansi sampel yang sudah di destruksi menggunakan spektrofotometri serapan atom dilakukan di Laboratorium Kimia Universitas Sebelas Maret.

### **C. Variabel Penelitian**

Variabel adalah sebuah indikasi yang dijadikan fokus dalam meneliti. Variabel menunjukkan ciri-ciri atau sifat-sifat suatu objek dengan variasinya dari satu dengan kelompok yang lain.

#### **1. Klasifikasi variabel utama**

Variabel bebas adalah variabel yang hendak diteliti yang akan berdampak terhadap variabel tergantung. Variabel bebas penelitian ini adalah 5 sampel krim pemutih yang dipilih dari berbagai krim pemutih yang beredar di toko *online*.

Variabel terikat adalah titik fokus dari masalah yang akan diteliti dan merupakan kriteria dalam penilaian, dan merupakan variabel yang mendapatkan pengaruh, serta muncul diakibatkan variabel bebas. Variabel terikat penelitian ini adalah kandungan timbal (Pb) dan kadmium (Cd) dalam sampel krim pemutih yang beredar di toko *online*.

Variabel terkontrol adalah variabel atau faktor lain yang ikut berpengaruh yang dibuat sama pada setiap media percobaan dan terkontrol. Variabel terkontrol dalam penelitian ini adalah preparasi sampel, alat, dan reagen yang digunakan.

## **2. Definisi operasional variabel utama**

Pertama, krim pemutih adalah campuran bahan kimia atau bahan lainnya dengan khasiat dapat memutihkan kulit atau memucatkan noda hitam (coklat) pada kulit. Krim pemutih banyak digunakan oleh masyarakat, terutama kaum wanita karena keinginan untuk memiliki kulit yang putih sesuai dengan standar kecantikan masyarakat saat ini.

Kedua, timbal (Pb) adalah logam berat beracun yang terdapat di lingkungan yang merupakan berwarna kebiru-biruan atau abu-abu keperakan dengan nomor atom 82, berat atom 207,19, titik cair 327,5°C, titik didih 1725°C, massa jenis 11,34 g/cm<sup>3</sup>. Timbal merupakan salah satu logam berbahaya yang masih banyak terdapat pada sediaan kosmetik, penambahan timbal pada kosmetik berfungsi sebagai pigmen atau zat warna. Menurut BPOM RI Nomor 12 tahun 2019 kadar timbal tidak boleh lebih dari 20 mg/kg atau 20 mg/L (20 ppm).

Ketiga, kadmium (Cd) adalah logam berbentuk kristal putih keperakan yang tergolong dalam logam transisi pada unsur golongan V, yang memiliki massa atom 112,41, nomor atom 48, berat atom 112,4, titik leleh 321°C, titik didih 767°C dan memiliki masa jenis 8,65 g/cm<sup>3</sup>. Kadmium, dalam kosmetik digunakan juga sebagai pigmen atau zat warna, keberadaan kadmium masih banyak ditemukan. Menurut BPOM RI Nomor 12 tahun 2019 kadar kadmium dalam kosmetik tidak boleh lebih dari 5 mg/kg atau 5 mg/L (5 ppm).

Keempat, spektrofotometer serapan atom (SSA) adalah alat spektrofotometer dengan pemanfaatan fenomena serapan untuk dijadikan landasan dalam mengukur. Spektrofotometer serapan atom sering digunakan untuk menganalisis logam berat. Logam berat timbal diukur pada panjang gelombang 283,3 nm, sedangkan logam berat kadmium diukur pada panjang gelombang 228,8 nm.

## **D. Alat dan Bahan**

### **1. Alat**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah spektrofotometer serapan atom (*Thermo*), labu takar 50 mL (*pyrex*),

labu takar 100 mL (*pyrex*), *Beaker glass* 100 mL (*Pyrex*), *Beaker glass* 25 mL (*Pyrex*), *hot plate*, kaca arloji, pipet volume 0,1 mL (iwaki), pipet volume 0,5 mL (iwaki), pipet volume 2 mL (iwaki), pipet volume 5 mL (iwaki), gelas ukur 10 mL (iwaki), gelas ukur 25 mL (iwaki), kertas saring *Whatman* no 42, corong, batang pengaduk, sendok tanduk, timbangan analitik, dan kertas timbang.

## 2. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel krim pemutih dengan lima merek yang berbeda yang di beli di toko *online*,  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$ , HCL pekat *p.a* (E-merck),  $\text{HNO}_3$  pekat *p.a* (E-merck), KI,  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , ditizon,  $\text{NH}_3$ , NaOH, dan *aquabides*.

## E. Metode Percobaan

### 1. Pengambilan sampel

Sampel penelitian yang diambil adalah krim pemutih yang beredar di toko *online*.

### 2. Pembuatan larutan *aqua regia*

*Aqua regia* adalah campuran asam kuat yang dibuat dengan menggabungkan asam klorida dan asam nitrat. Perbandingan asam yang biasa adalah 3 bagian asam klorida dengan 1 bagian asam nitrat. *Aqua regia* 100 mL dibuat dengan cara dimasukkan sejumlah 75 mL HCL pekat dan 25 mL  $\text{HNO}_3$  pekat ke dalam labu takar 100 mL gojok hingga homogen (Trisnawati *et al.*, 2017).

### 3. Preparasi sampel dengan destruksi basah

Sampel ditimbang sebanyak 1 gram, dimasukkan 20 mL *aqua regia* dalam *beaker glass* 100 mL dan ditutup menggunakan kaca arloji. Letakkan diatas *hot plate* bersuhu  $100^\circ\text{C}$  sampai proses destruksi selesai yang ditandai dengan larutan menjadi jernih dan asap coklat menjadi hilang. Dinginkan lalu saring menggunakan kertas saring *Whatman* 42, dimasukkan dalam labu takar 50 mL, lalu ditambahkan *aquabides* sampai tanda batas dan homogenkan (Anggraeni, 2018).

### 4. Uji kualitatif timbal dan kadmium

**4.1 Uji kualitatif timbal.** Sampel yang sudah destruksi diambil 1 mL dimasukkan ke dalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan beberapa tetes reagen KI. Amati perubahan yang terjadi sampel positif jika terbentuk endapan kuning. Selanjutnya dilakukan uji menggunakan reagen ditizon dan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  dengan perlakuan yang sama. Sampel positif

mengandung logam Pb apabila terbentuk endapan merah (pereaksi ditizon) dan endapan putih (pereaksi  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) (Patriani, 2010).

**4.2 Uji kualitatif kadmium.** Sampel yang sudah destruksi diambil 1 mL dimasukkan ke dalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan dengan beberapa tetes reagen NaOH, kemudian amati jika terdapat endapan putih berarti sampel positif kadmium. Lakukan hal yang sama untuk pereaksi  $\text{NH}_3$ , jika terdapat endapan putih, artinya sampel positif kadmium (Rahmawati, 2018).

## 5. Uji kuantitatif timbal dan kadmium

**5.1 Pembuatan larutan standar timbal 1000 ppm.** Larutan standar timbal 1000 ppm dibuat dengan cara sebanyak 0,1598 gram padatan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  ditimbang dan dimasukkan ke dalam *beaker glass* yang berisi *aquabides* 25 mL dan diaduk hingga larut. Kemudian larutan dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL dan diencerkan dengan  $\text{HNO}_3$  sampai tanda batas (Fajriah *et al.*, 2017).

**5.2 Pembuatan larutan standar timbal 10 ppm** Larutan standar timbal 1000 ppm dibuat menjadi 10 ppm, dengan cara diencerkan sebanyak 1 mL larutan standar timbal 1000 ppm, dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL, ditambah *aquabides*, sampai tanda batas dan homogenkan (SNI, 2019).

**5.3 Pembuatan larutan standar kadmium 1000 ppm.** Larutan standar kadmium 1000 ppm dibuat dengan cara menimbang sebanyak 0,2103 gram padatan  $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$  dan dimasukkan ke dalam *beaker glass* yang berisi *aquabides* 25 mL dan diaduk hingga larut. Kemudian larutan dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL dan diencerkan dengan larutan  $\text{HNO}_3$  sampai tanda batas (Fajriah *et al.*, 2017).

**5.4 Pembuatan larutan standar kadmium 10 ppm.** Larutan standar kadmium 1000 ppm dibuat menjadi 10 ppm, dengan cara diencerkan sebanyak 1 mL larutan standar kadmium 1000 ppm, dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL, ditambah *aquabides*, sampai tanda batas dan homogenkan (SNI, 2019).

**5.5 Penentuan kadar timbal dan kadmium dalam sampel menggunakan SSA.** Sampel yang sudah di destruksi di ukur menggunakan SSA, pengukuran timbal pada panjang gelombang 283,3 nm, dan pengukuran kadmium pada panjang gelombang 228,8 nm (SNI, 2019). Perhitungan kadar timbal dan kadmium dilakukan menggunakan rumus (BPOM, 2014) sebagai berikut :

$$\text{Kadar logam berat} = \frac{C (\mu\text{g/ml})}{B (\text{gr})} \times f (\text{mL})$$

Keterangan :

C = konsentrasi logam berat dalam sampel yang dihitung dari kurva kalibrasi

F = Faktor pengenceran sampel

B = Bobot sampel dari larutan uji

## 6. Verifikasi metode analisis

**6.1 Uji linearitas.** Uji linieritas dilakukan dengan membuat kurva kalibrasi standar timbal dan kadmium masing-masing 5 konsentrasi, dengan nilai konsentrasi yaitu 0,025; 0,05; 0,1 ; 0,5; 1 ppm. Larutan baku timbal dan kadmium diukur menggunakan SSA pada panjang gelombang 283,3 nm dan 228,8 nm, kemudian serapan yang didapatkan diplotkan ke dalam kurva kalibrasi. Konsentrasi logam timbal dan kadmium yang terdapat dalam sampel (x) dihitung dengan mensubstitusi nilai absorbansi yang didapat oleh (y) ke dalam persamaan regresi linier  $y = a + bx$  (SNI, 2019).

**6.2 Uji akurasi.** Uji nilai akurasi ditentukan dengan memasukkan larutan sampel ke dalam tiga labu ukur 50 mL dengan konsentrasi 0,05; 0,1; dan 0,5 ppm, kemudian larutan dianalisis dengan spektrofotometri serapan atom pada panjang gelombang 283,3 nm, dan 228,8 nm (Sari *et al.*, 2021). Pengukuran dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan untuk setiap larutan. Hasil absorbansi yang didapat, digunakan dalam penghitungan:

$$\%R = \frac{\text{Hasil analisa}}{\text{Hasil sebenarnya}} \times 100\%$$

**6.3 Uji presisi.** Larutan standar timbal dan kadmium dipilih salah satu dari 5 konsentrasi kurva baku, lalu dilakukan pengukuran absorbansinya menggunakan spektrofotometer serapan atom dengan panjang gelombang 283,3 dan 228,8 nm (Agustina *et al.*, 2021). Pengukuran masing-masing dilakukan pengulangan sebanyak 6 kali. Hasil absorbansi yang didapat, digunakan dalam penghitungan:

$$\% \text{ RSD} = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$$

Keterangan :

RSD = *Relative Standar Deviation*

SD = *Standar Deviation*

$\bar{x}$  = Nilai rata-rata konsentrasi logam berat dalam sampel

**6.4 Uji LoD dan LoQ.** Batas kuantitasi dan batas deteksi dilakukan penghitungan dengan cara memasukkan nilai persamaan

regresi linier yang diperoleh dari kurva kalibrasi ke dalam rumus (Harmita, 2006).

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (y-y')^2}{n-1}}$$

$$LoD = \frac{3.SD}{b}$$

$$LoQ = \frac{10.SD}{b}$$

Keterangan :

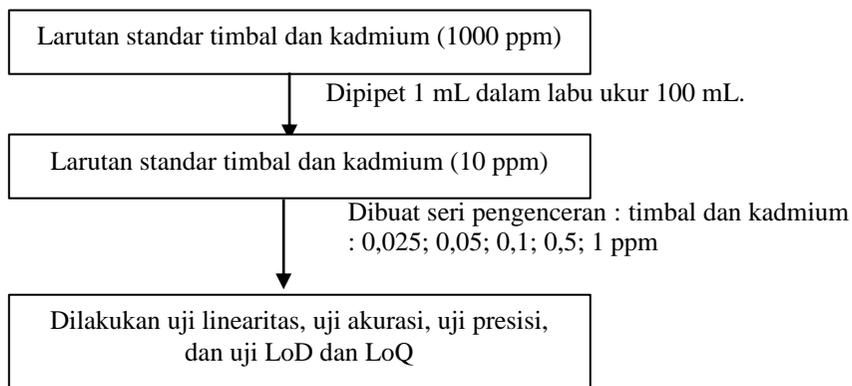
SD = *Standar Deviation*

LoD = LoD (*Limit of Detetection*)

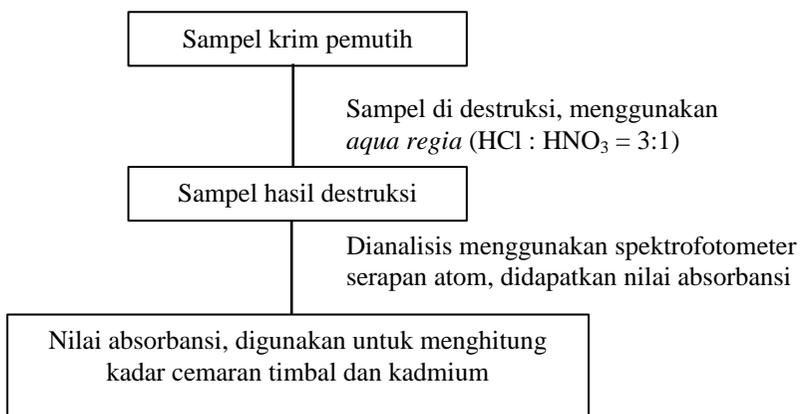
LoQ = LoD (*Limit of quantification*)

b = Nilai Slope

## F. Skema Jalannya Penelitian



**Gambar 4. Perlakuan larutan standar.**



**Gambar 5. Perlakuan sampel.**