

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

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

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

Populasi yang digunakan dalam penelitian ini adalah krim pemutih wajah tanpa merek di Kota X.

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

Sampel yang dijadikan objek penelitian ini merupakan krim pemutih wajah yang diperoleh dari tiga tempat di Kota X.

#### **B. Variabel Penelitian**

Variabel penelitian adalah aspek yang diambil sebagai representasi, dimensi dan karakteristik yang dapat dimiliki oleh suatu objek dalam konteks penelitian tertentu (Notoatmodjo, 2012).

##### **1. Identifikasi variabel utama**

Variabel utama yang menjadi fokus dalam penelitian ini mencakup hidrokuinon, merkuri dan timbal yang ada dalam krim pemutih wajah tanpa merek di Kota X.

##### **2. Klasifikasi variabel utama**

**2.1. Variabel bebas** merupakan variabel yang mempengaruhi variabel terikat. Dalam penelitian ini, variabel bebas adalah variasi antara tempat di Kota X yang menjual krim pemutih wajah.

**2.2. Variabel terikat** merupakan variabel yang dipengaruhi oleh variabel bebas. Dalam penelitian ini, variabel terikat adalah kandungan hidrokuinon, merkuri dan timbal dalam krim pemutih wajah tanpa merek di Kota X.

**2.3. Variabel terkendali.** Variabel terkendali dalam penelitian ini adalah krim pemutih wajah yang diuji dengan menggunakan alat *mercury analyzer* dan spektrofotometri serapan atom.

**2.4. Variabel tak terkendali.** Variabel tak terkendali dalam penelitian ini mencakup suhu dan kondisi penyimpanan krim pemutih wajah serta Tingkat kelembapan ruangan selama proses pengujian.

### 3. Definisi operasional variabel

Pertama, krim pemutih wajah yang dipilih adalah krim kemasan polos tanpa merek dari beberapa tempat di Kota X dan belum terdaftar dalam BPOM. Kriteria krim yang digunakan pada penelitian ini adalah sediaan krim pemutih wajah malam yang belum teregistrasi BPOM. Alasan pemilihan krim malam karena krim malam memiliki kandungan yang lebih tinggi dibanding krim siang. Berdasarkan penelitian Christina *et al* (2023) kandungan hidrokuinon pada krim malam lebih tinggi dibanding krim siang dengan kadar masing-masing 2,92% dan 1,47%.

Kedua, melakukan analisis uji kualitatif untuk mendeteksi keberadaan senyawa hidrokuinon pada sampel krim pemutih wajah.

Ketiga, melakukan analisis uji kualitatif untuk mengidentifikasi ada tidaknya kandungan cemaran logam berat merkuri (Hg) dan timbal (Pb) pada sampel krim pemutih wajah.

Keempat, apabila dinyatakan positif mengandung cemaran logam berat merkuri (Hg) dan timbal (Pb), langkah selanjutnya adalah melakukan uji kuantitatif untuk menetapkan kadar cemaran logam berat merkuri (Hg) menggunakan *mercury analyzer*, dan timbal (Pb) menggunakan spektrofotometri serapan atom dengan mengukur absorbansi sampel pada panjang gelombang 217,0 nm.

### C. Alat dan Bahan

Instrumen yang dipakai dalam eksperimen ini termasuk timbangan analitik, penangas air, kertas saring, labu ukur dengan volume masing-masing 100 mL, 50 mL, 10 mL, dan 5 mL, erlenmeyer, batang pengaduk, pipet tetes, pipet volume, corong, kuvet, *beaker glass* 100 mL, tabung reaksi, rak tabung reaksi dan alat *mercury analyzer* tipe DMA 80.

Adapun bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya baku hidrokuinon, baku merkuri, baku timbal, tiga sampel krim pemutih tanpa merek di Kota X, *aquadest*, etanol 96%, reagen *benedict*, reagen FeCl<sub>3</sub>, NaOH 0,5 N, HCl P, HNO<sub>3</sub> P, HNO<sub>3</sub> 0,1 N, dan Kalium Iodida.

## D. Jalannya Penelitian

### 1. Pengambilan sampel

Pengambilan sampel dilakukan dengan cara membeli secara langsung produk krim tanpa merek di Kota X.

### 2. Pembuatan NaOH 0,5 N

Menimbang 2 gram NaOH secara seksama, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Selanjutnya dilarutkan dengan sejumlah tertentu *aquadest* diaduk hingga larut, lalu ditambahkan akuades hingga tanda batas (DepKes RI, 1995).

### 3. Pembuatan larutan aqua regia

Sebanyak 75 mL HCl pekat dan 25 mL HNO<sub>3</sub> pekat dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL lalu dihomogenkan (Trisnawati *et al*, 2017).

### 4. Pengamatan organoleptis

Pengamatan organoleptis berupa pemeriksaan visual untuk mengetahui bau, tekstur dan warna dari sampel krim pemutih yang dilakukan analisis (Chakti *et al.*, 2019).

### 5. Analisa kualitatif hidrokuinon

**5.1. Pereaksi FeCl<sub>3</sub>.** Menimbang baku hidrokuinon (HgCl<sub>2</sub>) dan masing-masing sampel krim pemutih sebanyak 100 mg dan dilarutkan dengan etanol 96% sebanyak 5 mL lalu dihomogenkan. Kemudian ditambahkan ±5 tetes FeCl<sub>3</sub>. Hasil positif mengandung hidrokuinon apabila terbentuk warna hijau hingga kehitaman (Chakti *et al.*, 2019).

**5.2. Reagen *benedict*.** Menimbang baku hidrokuinon (HgCl<sub>2</sub>) dan masing-masing sampel krim pemutih sebanyak 100 mg dan dilarutkan dengan etanol 96% sebanyak 5 mL lalu dihomogenkan. Kemudian ditambahkan ±5 tetes reagen *benedict*. Hasil positif mengandung hidrokuinon apabila terbentuk warna merah bata (Chakti *et al.*, 2019).

### 6. Analisa kualitatif cemaran logam berat

**6.1. Uji warna Kalium Iodida.** Menimbang masing-masing sampel krim dan baku merkuri sebanyak 1 gram, dimasukkan ke dalam tabung reaksi kemudian ditambahkan HNO<sub>3</sub> (p) dan di homogenkan. Setelah homogen, disaring

dengan menggunakan kertas saring. Larutan uji dimasukkan 1 mL ke dalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan 5 tetes larutan kalium iodide 0,5 N secara perlahan melalui dinding tabung reaksi. Hasil positif jika terdapat endapan warna merah yakni merkuri ( $\text{HgCl}$ ) dan merkuri hitam yang berbutir halus (Chakti *et al.*, 2019).

Kemudian, ditambahkan NaOH 5 tetes dan HCl 5 tetes. Hasil positif jika terbentuk endapan putih yakni logam berat timbal (Pb) (Ayuni dan Yuningrat, 2020).

**6.2. Uji nyala api.** Menimbang baku merkuri, timbal dan masing-masing sampel krim sebanyak 100 mg dan ditambahkan dengan *aquadest* 1,25 mL kemudian ditambahkan 0,5 mL HCl (p). Kawat tembaga diamplas kemudian dicelupkan ke dalam campuran larutan uji. Kemudian kawat dibakar diatas nyala api bunsen. Hasil positif mengandung merkuri ditunjukkan dengan perubahan nyala api menjadi warna hijau dan positif timbal ditandai dengan perubahan nyala api menjadi warna biru atau putih (Chakti *et al.*, 2019).

## 7. Analisa kuantitatif cemaran logam berat

**7.1. Pembuatan larutan stok merkuri (Hg).** Menimbang 100 mg merkuri (Hg) dilarutkan dengan 1 mL  $\text{HNO}_3$  pekat dalam labu ukur 100 mL. Setelah larut, ditambahkan *aquadest* hingga tanda batas (Armin dkk, 2013). Didapatkan larutan stok merkuri dengan konsentrasi 1000 ppm. Kemudian dipipet sebanyak 10 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan *aquadest* hingga tanda batas. Didapatkan larutan stok merkuri dengan konsentrasi 100 ppm. Dari larutan stok merkuri konsentrasi 100 ppm, dipipet lagi sebanyak 1 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL ditambahkan *aquadest* hingga tanda batas sehingga didapatkan larutan stok merkuri dengan konsentrasi 10 ppm (Parengkuan dkk, 2013).

**7.2. Pembuatan kurva kalibrasi merkuri (Hg).** Kurva kalibrasi menggunakan lima seri konsentrasi masing-masing sebanyak 0  $\mu\text{g/L}$ ; 0,25  $\mu\text{g/L}$ ; 0,5  $\mu\text{g/L}$ ; 1  $\mu\text{g/L}$  dan 2  $\mu\text{g/L}$ . Setelah itu diukur dengan alat *mercury analyzer* dan dibaca absorbansinya

**7.3. Preparasi Sampel dengan Destruksi Basah.** Menimbang 250 mg sampel, ditambahkan 10 mL aqua regia dalam *beaker glass* 80 mL yang ditutup dengan kaca arloji dalam lemari asam. Panaskan di atas *hot plate* dengan suhu 100°C selama  $\pm 5$  jam atau hingga proses destruksi berakhir ditandai dengan terbentuknya larutan jernih. Kemudian, diamkan beberapa menit dan saring dengan kertas *whatman* no. 42 ke dalam vial.

**7.4. Pengujian sampel dengan *mercury analyzer*.** Masing-masing sampel yang sudah didestruksi, dipipet sebanyak 1 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL lalu ditambahkan *aquadest* hingga tanda batas. Kemudian diukur satu persatu dengan alat *mercury analyzer*.

## D. Analisis Hasil

### 1. Uji organoleptis

Uji organoleptis merupakan uji pendahuluan sebagai penilaian secara visual untuk mengetahui bau, tekstur dan warna dari sampel krim pemutih yang dilakukan analisis (Chakti *et al.*, 2019).

### 2. Uji kualitatif hidrokuinon

Sampel yang mengandung hidrokuinon apabila ditambahkan dengan reagen  $\text{FeCl}_3$  dan reagen *benedict* akan membentuk reaksi perubahan warna menjadi hijau hingga kehitaman dan perubahan warna merah bata (Chakti *et al.*, 2019).

### 3. Uji kualitatif cemaran logam merkuri (Hg) dan timbal (Pb)

Sampel yang mengandung merkuri apabila ditambahkan dengan larutan Kalium Iodida akan membentuk reaksi warna apabila di didihkan terdapat perubahan merah hingga kehitaman (Chakti *et al.*, 2019). Sampel yang mengandung timbal apabila ditambahkan dengan NaOH dan HCl akan terbentuk endapan putih (Ayuni dan Yuningrat, 2014).

Dilakukan uji nyala api, dinyatakan positif apabila terjadi perubahan warna yang signifikan. Hasil positif mengandung merkuri ditunjukkan dengan perubahan nyala api menjadi warna hijau dan positif timbal ditandai dengan perubahan nyala api menjadi warna biru atau putih (Chakti *et al.*, 2019).

#### 4. Uji kuantitatif cemaran logam merkuri (Hg)

Membuat larutan standar baku merkuri dan timbal dengan pelarut aquabidest. Penentuan panjang gelombang maksimum merkuri ditentukan dengan bantuan alat *mercury analyzer*. Kemudian, dilakukan pembacaan absorbansi pada masing-masing kurva baku untuk mencari nilai a, b, r. persamaan regresi linear dari data konsentrasi vs absorbansi dengan persamaan, sebagai berikut.

$$y = a + bx$$

keterangan:

y = absorbansi

a = intercept

b = slope

r = koefisien korelasi

Kemudian, dilakukan penetapan nilai absorbansi sampel krim pemutih wajah. Hasil konsentrasi sampel yang diperoleh dimasukkan ke dalam data regresi linear.