BAB IV
METODE PENELITIAN

4.1 Rancangan Penelitian

Metode penelitian yang digunakan ini dipilih secara deskriptif.

4.2 Populasi dan Sampel

4.2.1 Populasi

Populasi pada penelitian ini adalah krim malam racikan dokter yang beredar di Kota Malang

4.2.2 Sampel dan Teknik Sampling

Sampel merupakan sebagian besar dari populasi yang digunakan pada penelitian yang dapat mencerminkan populasi tersebut. Sampel yang digunakan pada analisis kadar hidrokuinon adalah krim malam racikan dokteryang beredar di Kota Malang.

Menurut (Abdullah et al., 2017) Digunakan Teknik pengambilansampel yang sama dengan populasi. Dikarenakan jumlah populasi klinik kecantikan di kota Malang hanya sejumlah 15 yang artinya kurang dari 100. Maka, seluruh populasi dijadikan sampel penelitian semuanya.

4.3 Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Terpadu di Universitas Muhammadiyah Malang dalam kurun waktu 3 bulan pada bulan September sampai November 2023.

4.4 Alat dan Bahan Penelitian

4.4.1 Alat Penelitian

1. Pipet tetes
2. Plat tetes
3. Batang pengaduk
4. Neraca analitik *Shimadzu.auw220d*
5. Sendok tanduk
6. Botol vial
7. Beaker glass 50 ml dan 100 ml *IWAKI Pyrex*

8. Gelas ukur 10 ml dan 50 ml *IWAKI Pyre*
9. Labu ukur 10 ml, 20 ml, 25 ml dan 100 ml *IWAKI Pyrex*
10. Kertas saring *whatman*
11. Spektrofotometer UV-Vis *Shimadzu 1240*

4.4.2 Bahan Penelitian

1. $FeCl_3$ 1% *Merck*
2. Krim malam racikan dokter yang beredar di Kota Malang.
3. Baku Hidrokuinon *Eastman*^{TM} *Hydroquinone*
4. Tip mikropipet
5. Tissue
6. Metanol *Merck*
7. Kertas label

4.5 Prosedur Kerja

Kualitatif

- Analitik

1. Diambil sampel krim malam menggunakan sendok tanduk kemudian diletakkan di atas plat tetes.
2. Pada sampel di tambahkan 5 tetes $FeCl_3$ 1%.

- Pasca Analitik

1. Positif (+) : Jika positif akan terjadi perubahan warna menjadi hitam
2. Negatif (-) : Jika negatif tidak akan terjadi perubahan warna.

Kuantitatif

- Analitik

1. Pembuatan Larutan Baku Hidrokuinon

Ditimbang Hidrokuinon sebanyak 10 mg kemudian dilarutkan dengan sedikit metanol. Setelah itu larutan tersebut dipindahkan ke dalam labu ukur 100 ml dan ditambahkan metanol ad tanda batas 100 ml, dihomogenkan larutan hingga mendapatkan konsentrasi Hidrokuinon 100 ppm dalam metanol.

2. Pembuatan Kurva Standar Hidrokuinon

Dipipet larutan baku 100 ppm sebanyak 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml, dan 5 ml lalu dimasukkan masing – masing ke dalam labu ukur 10 ml kemudian ditambahkan

metanol ad garis tanda lalu dihomogenkan. Didapatkan larutan dengan konsentrasi 10 ppm, 20 ppm, 30 ppm, 40 ppm, dan 50 ppm, kemudian larutan diukur absorbansinya dengan panjang gelombang maksimal untuk pembacaan kemudian replikasi 3 kali pengukuran.

3. Identifikasi dan Penetapan Sampel

Ditimbang sampel krim malam sebanyak 25 mg kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml dan dilarutkan dengan metanol ad garis tanda lalu dihomogenkan lalu kemudian Sampel disaring menggunakan kertas saring whatman. Kemudian sampel diukur pada Spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang maksimal.

- Analisis Data :

1. Positif (+) : Jika pada sampel spektrum yang dihasilkan sama dengan spektrum larutan baku, kemudian hasil sampel yang positif dilakukan pengukuran kadar hidrokuinon.
2. Negatif (-) : Jika pada sampel spektrum yang dihasilkan tidak sama dengan spektrum larutan baku.
3. Jika positif maka Kadar Hidrokuinon dalam sampel dapat dihitung menggunakan kurva baku dengan persamaan regresi : $y = bx + a$.
4. Hidrokuinon di setiap sampel di bandingkan dengan aturan BPOM No.18 Tahun 2011.

4.6 Penentuan Panjang Gelombang

Penentuan panjang gelombang dilakukan dengan mengukur baku standart dengan konsentasi 10 ppm, 20 ppm, 30 ppm, 40 ppm, dan 50 ppm pada spektrofotometri uv-vis dengan rentang panjang gelombang 200 – 400 nm. Pada pengukuran ini didapatkan panjang gelombang maksimum hidrokuinon adalah 293 nm.

4.7 Validasi Metode

4.7.1 Akurasi (Ketelitian)

Diambil 2 ml, 3 ml, dan 5 ml larutan hidrokuinon standar, dan masing-masing dimasukkan ke dalam labu ukur 20 mililiter. Akurasi adalah tingkat sejauh mana hasil yang diukur sesuai dengan nilai yang dianggap benar, apakah itu berdasarkan nilai

konvensional, nilai sebenarnya, atau nilai referensi. Prosedur ini diulangi tiga kali. Tingkat akurasi ini ditunjukkan dalam bentuk persentase regresi atau persentase pemulihan; persyaratan pengujian yang baik berkisar antara 98 dan 102%.

4.7.2 Presisi (Ketepatan)

2 ml larutan hidrokuinon standar diambil dan ditambahkan ke dalam masing-masing labu ukur berkapasitas 20 ml dilakukan replikasi enam kali. Hitung simpangan deviasi (SD) dan persentase simpangan *deviasi relative* (% RSD) dari hasil pengulangan adalah cara untuk menghitung presisinya. Nilai presisi harus memenuhi persyaratan uji, yaitu kurang dari 2%.

4.7.3 Linearitas

Larutan baku hidrokuinon yang telah disiapkan sebelumnya diencerkan menjadi konsentrasi yang berbeda: 1 ppm, 2 ppm, 3 ppm, 4 ppm, dan 5 ppm. Setiap konsentrasi diulang tiga kali, dan sejumlah mililiter dari masing-masing konsentrasi diambil. Koefisien korelasi (r) dalam analisis regresi linier y = a + bx digunakan untuk melakukan evaluasi linearitas. Persyaratan umum adalah bahwa nilai koefisien regresi (r2) harus setidaknya mencapai 0,999, yang menunjukkan bahwa ada hubungan linier yang kuat. Selain itu, koefisien korelasi r dalam analisis regresi linier y = a + bx digunakan untuk menentukan seberapa kuat korelasi linier. Ketika nilai an adalah 0 dan r adalah +1 atau -1 (bergantung pada arah garis), korelasi linier yang sempurna tercapai. Meskipun nilai b menunjukkan sensitifitas analisis, terutama dalam konteks instrumen yang digunakan. Kemudian langsung dilanjutkan dengan perhitungan LOD dan LOQ.

4.8 Pengolahan Data

Berikut ini adalah langkah-langkah yang digunakan untuk mengolah data yangdiperoleh dari penelitian:

1. Coding, Menempatkan kode atau label pada setiap sampel untuk mencegah sampel tertukar.
2. Penyuntingan, yang berarti memeriksa sampel yang telah diberi label untuk menghindari kesalahan.
3. Tabulating, Memasukkan data hasil pemeriksaan hidroquinon pada krim pemutih ke dalam tabel-tabel agar mudah dipahami

4.9 Analisis Data

Data akan didapat setelah dilakukan analisa pada sampel krim pemutih, dimana data akan didapat setelah sampel krim pemutih wajah melalui proses ekstraksi, identifikasi dan ditentukan kadar Hidrokuinonnya yang diuji dengan metode Spektrofotometri UV-Vis. Data yang telah diperoleh melalui metode Spektrofotometri dengan menggunakan alat Spektrofotometer UV-Vis akan dipaparkan hasilnya berdasarkan Analisa kurva kalibrasi dengan persamaan Regresi

y = bx + a dimana :

y = bx + a

y = Menyatakan absorbansi

x = Konsentrasi

b = Koefisien regresi (menyatakan slope = kemiringan)

a = Tetapan regresi (menyatakan intersep)

Sampel dalam penelitian ini akan mendapatkan 3 kali pelakuan pada masing-masing sampel. Sampel yang diujikan ada 34 merek yang ada di Klinik Kecantikan di Kota Malang. Dimana nama masing-masing merek krim pemutih ini akan diinisialkan dengan huruf A, B, C, D, dan seterusnya. Data yang didapat setelah dilakukan pengujian dengan Spektrofotometri UV-Vis akan dimasukkan kedalam tabel yang telah disediakan untuk kemudian dianalisa.

Setelah data pengujian didapat, maka kadar Hidrokuinon dalam krim pemutih wajah dapat diketahui berdasarkan perhitungan yang ada. Untuk mendapatkan kesimpulan, data yang dikumpulkan, yaitu hasil analisiskandungan Hidroquinon yang dilakukan di lab eksperimen menggunakan metode $FeCl_3$ dan spektrofotometri UV-Vis, dimasukkan ke dalam tabel, dinarasikan, dan dibahas.

4.10 Penyajian Data

Untuk memperoleh hasil penelitian, data penelitian akan diolah, disajikan dalam bentuk tabel, dan diuraikan dalam bentuk narasi.