

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 yang beredar di *online – shop*.

4.2.2 Sampel dan Teknik sampling

Sampel merupakan sebagian kecil dari populasi yang digunakan pada penelitian yang dapat mencerminkan populasi tersebut. Sampel yang digunakan pada analisis kadar hidrokuinon adalah krim malam yang beredar di *online-shop* yang memiliki kecenderungan pemakaian konsumen yang tinggi terhadap produk tersebut.

Menurut (Abdullah et al., 2017) menggunakan teknik pengambilan sampel yang sama dengan populasi. Sampel yang digunakan pada analisis kadar hidrokuinon dibeikan batasan sebanyak 25 sampel krim malam berdasarkan daftar terlaris yang beredar di *online – shop*. Digunakan 25 sampel krim malam karena populasi yang dijadikan sampel kurang dari 100. Oleh sebab itu, digunakan semua populasi sampel penelitian.

4.3 Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Terpadu di Universitas Muhammadiyah Malang dalam kurun waktu 3 bulan.

4.4 Alat dan Bahan Penelitian

4.4.1 Alat Penelitian

- 1) Sendok tanduk
- 2) Pipet tetes

- 3) Pipet volum 1 ml 2 ml, 3 ml, 4 ml dan 5 ml *Pyrex*
- 4) Plat tetes
- 5) Batang pengaduk
- 6) Neraca analitik *Shimadzu. AUW220D*
- 7) Botol vial
- 8) Erlenmeyer 250 ml *IWAKI Pyrex*
- 9) Beaker glass 250 ml *IWAKI Pyrex*
- 10) Gelas ukur 10 ml dan 50 ml *IWAKI Pyrex*
- 11) Corong 60 mm *IWAKI Pyrex*
- 12) Spektrofotometer Uv-Vis (*Uv-mini-1240, Shimadzu. Single bim*)
- 13) Labu ukur 10 ml, 20 ml, 25 ml dan 100 ml *IWAKI Pyrex*
- 14) Kertas saring whatman

4.4.2 Bahan Penelitian

- 1) FeCl_3 1% *MERCK*
- 2) Krim malam yang beredar di *online-shop*.
- 3) Baku Hidrokuinon *EASTMAN™ HYDROQUINONE*
- 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
 - a. Positif (+) : Jika positif akan terjadi perubahan warna menjadi hitam.
 - b. 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 dipindahkan ke dalam labu ukur 100 ml kemudian ditambahkan metanol ad tanda batas 100 ml, lalu 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 kemudian dimasukkan masing – masing ke dalam labu ukur 10 ml lalu ditambahkan metanol ad garis tanda dan dihomogenkan. Didapatkan larutan dengan konsentrasi 10 ppm, 20 ppm, 30 ppm, 40 ppm, dan 50 ppm kemudian larutan tersebut diukur absorbansinya pada spektrofotometri Uv-Vis dengan panjang gelombang maksimal untuk pembacaan dilakukan 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 kemudian sampel disaring menggunakan kertas saring whatman. Setelah di saring kemudian sampel diukur pada Spektrofotometer Uv-Vis dengan panjang gelombang maksimal.

- Analisis data :

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

4.6 Penentuan Panjang Gelombang

Pada penentuan panjang gelombang dilakukan dengan cara mengukur baku standar dengan konsentrasi 10 ppm, 20 ppm, 30 ppm, 40 ppm, dan 50 ppm pada spektrofotometri Uv-Vis dengan rentang panjang gelombang 200 – 400 nm. Pada pengukuran panjang gelombang ini didapatkan panjang gelombang maksimum hidrokuinon 293 nm.

4.7 Validasi Metode

4.7.1 Akurasi (Ketelitian)

Diambil 2 ml larutan hidrokuinon standar dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml, diambil 5 ml larutan hidrokuinon standar dimasukkan ke dalam labu ukur 20 ml, dan diambil 3 ml larutan hidrokuinon standar dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang 293 nm. Akurasi merupakan ukuran yang menunjukkan kedekatan antara hasil kadar terukur dengan kadar sebenarnya dinyatakan dengan persen perolehan kembali (% *recovery*). Prosedur ini diulangi sebanyak 3 kali. Tingkat akurasi ini ditunjukkan dalam bentuk persentase regresi atau persentase pemulihan, persyaratan *recovery* yang baik yaitu berkisar antara 98 – 102 %.

4.7.2 Presisi (Ketepatan)

Dipipet 5 ml larutan hidrokuinon standar dan dimasukkan ke dalam masing-masing labu ukur 20 ml kemudian dilakukan replikasi sebanyak enam kali. Uji presisi bertujuan untuk melihat kedekatan serangkaian pengukurannya yang dilakukan berulang pada sampel. Hasil dari presisi dinyatakan dalam standart deviasi (SD) atau standart deviasi relative (RSD). 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 yaitu 10 ppm, 20 ppm, 30 ppm, 40 ppm dan 50 ppm. Setiap konsentrasi diulang tiga kali. Koefisien korelasi (r) dalam analisis regresi linear $y = bx + a$ digunakan untuk evaluasi linearitas. Persyaratan umum bahwa nilai koefisien regresi (r^2) setidaknya harus mencapai 0,999 yang

menunjukkan bahwa adanya hubungan linear yang kuat. Selain itu, koefisien korelasi r dalam analisis regresi linear $y = bx + a$ digunakan untuk menentukan seberapa kuat korelasi linear. Ketika nilai 0 dan r adalah $+1$ atau -1 (bergantung pada arah garis), korelasi linear yang sempurna tercapai. Meskipun nilai b menunjukkan sensitifitas analisis, terutama dalam konteks instrument yang digunakan. Kemudian metode ini dilanjutkan untuk menghitung LOD dan LOQ.

4.8 Jenis Data

Jenis data yang digunakan pada penelitian ini sebagai berikut :

1. Data Sekunder

Data sekunder adalah data yang berasal dari penelitian sebelumnya yang telah dipublikasi dalam jurnal, skripsi, buku dan KTI.

2. Data Primer

Data utama yang didapatkan atau dikumpulkan secara langsung dari tempat penelitian.

4.9 Pengolahan Data

Langkah-langkah yang dapat digunakan untuk mengolah data yang telah diperoleh dari penelitian :

1. Coding adalah teknik pengolahan data dengan cara menempatkan kode atau label pada setiap sampel untuk mencegah tertukarnya sampel.
2. Penyuntingan adalah teknik pengolahan data dengan cara memeriksa sampel yang telah diberi label untuk menghindari terjadinya kesalahan.
3. Tabulating adalah Teknik dengan cara memasukkan data hasil pemeriksaan hidrokuinon pada krim malam ke dalam tabel-tabel agar lebih mudah dipahami.

4.10 Analisis Data

Data akan didapatkan 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 di uji

menggunakan metode Spektrofotometri Uv-Vis. Data yang telah diperoleh dengan menggunakan instrument Spektrofotometri 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 masing-masing perlakuan sebanyak 3 kali. Sampel yang diujikan yaitu 25 merek sampel yang berada di *online-shop*. Dimana nama pada masing-masing merek diinisialkan dengan huruf A, B, C, D, E dan seterusnya. Data yang didapat setelah dilakukan pengujian dengan menggunakan Spektrofotometri Uv-Vis akan dimasukkan kedalam tabel yang telah disediakan 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 analisis kandungan hidrokuinon yang dilakukan di laboratorium yaitu eksperimen menggunakan metode FeCl_3 1 % dan menggunakan Spektrofotometri Uv-Vis, dimasukkan ke dalam tabel, dinarasikan, dan dibahas.

4.11 Penyajian Data

Untuk memperoleh hasil dari penelitian, data penelitian akan diolah kemudian disajikan dalam bentuk tabel serta diuraikan dalam bentuk narasi.