

BAB IV

METODOLOGI PENELITIAN

4.1 Jenis Penelitian

Jenis penelitian ini adalah penelitian kualitatif, dengan tujuan dilakukannya penelitian ini untuk identifikasi asam retinoat pada sediaan krim malam dengan menggunakan metode Spektrofotometri Uv-Vis.

Penelitian ini terdiri dua variabel, yang meliputi 1 variabel independen dan 1 variabel dependen. Variabel independen atau bebas dalam penelitian ini adalah krim malam yang beredar di online shop, sedangkan variabel dependen atau terikatnya adalah bahan aktif retinoat pada krim malam.

4.2 Tempat Penelitian dan waktu

Pada penelitian ini dilakukan dalam waktu kurang lebih 4 bulan. Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Terpadu Program Studi Farmasi Fakultas Ilmu Kesehatan Universitas Muhammadiyah Malang.

4.3 Populasi dan Sampel

1. Populasi

Didapatkan 50 krim malam pada online shop dari daftar terlaris. Digunakan sebanyak 18 sampel krim malam sesuai dengan kriteria inklusi dan eksklusi.

2. Sampel

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah Krim malam yang ada di online shop berdasarkan kriteria daftar terlaris. Digunakan sebanyak 18 sampel krim malam dengan menggunakan metode total sampling yang berdasarkan pada kriteria inklusi dan eksklusi sampel.

a. Kriteria Inklusi

- a) Krim malam yang diambil dari online shop
- b) Krim malam yang tidak memiliki izin BPOM
- c) Krim malam yang tidak memiliki label
- d) Krim malam yang tidak memiliki komposisi kandungan yang jelas

b. Kriteria Eksklusi

- a) Krim malam yang memiliki izin BPOM
- b) Krim malam yang memiliki label

c) Krim malam yang memiliki komposisi yang jelas

4.4 Teknik Sampling

Menurut (Abdullah et al., 2017) menggunakan teknik pengambilan sampel yang sama dengan populasi. Sampel yang digunakan pada analisis asam retinoat sebanyak 18 sampel krim malam berdasarkan daftar terlaris yang beredar di online – shop. Digunakan 18 sampel krim malam karena populasi yang dijadikan sampel kurang dari 100. Oleh sebab itu, digunakan semua populasi sampel penelitian.

4.5 Instrumen Penelitian

Instrumen yang digunakan dalam penelitian ini yaitu :

1. Spektrofotometri UV-Vis
2. Neraca Analitik OHAUS

4.6 Alat dan Bahan Penelitian

1. Alat
 - Spektrofotometri UV-Vis mini- 1240 SHIMADZU
 - Pipet tetes
 - Pipet volume
 - Plat tetes
 - Batang pengaduk
 - Neraca analitik OHAUS
 - Sendok tanduk
 - Botol vial
 - Beaker glass 50 mL
 - Beaker glass 100 mL
 - Gelas ukur 10 mL
 - Gelas ukur 50 mL
 - Kertas label
 - Tissue
 - Labu ukur 100 mL
 - Labu ukur 20 mL
 - Sendok tanduk
 - Kertas saring WHATTMAN

2. Bahan

- Methanol Merck
- Asam retinoat
- Krim malam pada platform shoppe.

4.7 Prosedur Penelitian

1. Pembuatan Larutan Baku 100 ppm Asam Retinoat.

Menimbang sebanyak 10 mg asam retinoat, dimasukkan ke dalam Labu Ukur, kemudian dilarutkan dalam 100 mL methanol.

2. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Asam Retinoat

larutan asam retinoat 100 ppm yang telah di buat dan dihomogenkan. Diukur serapan maksimum pada panjang gelombang 200- 300 nm dengan menggunakan blanko, blanko yang digunakan adalah methanol.

3. Penentuan Linieritas Kurva Kalibrasi

Larutan asam retinoat 100 ppm dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL (dengan konsentrasi : 20 ppm,30 ppm, 35 ppm, 40 ppm dan 50 ppm), lalu ditambahkan methanol sampai garis tanda. Dikocok hingga homogen, kemudian diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum yang diperoleh serta menggunakan larutan blanko

4. Penetapan Kadar Sampel

Menimbang sampel uji, masukkan ke dalam labu ukur 10 ml, ditambahkan 10 mL metanol dan dikocok hingga homogen. Kemudian disaring melalui kertas saring Whatman No. 41. Filtrat ditampung dalam vial.

4.8 Prosedur Pengambilan Sampel

1. Langkah pertama yaitu peneliti menentukan online shop yang diinginkan, disini peneliti menggunakan online shop shoppe.

2. Membuka aplikasi shoppe pada smartpone, kemudian memilih menu searching pada bagian atas.

3. Pada menu searching dimasukan kata kunci “Krim malam”

4. Kemudian muncul berbagai macam pilihan krim malam, peneliti memilih salah satu krim malam sesuai dengan kriteria inklusi dan eksklusi, mengklik bagian yang bertulisan “Terlaris”

5. Setelah muncul daftar “Terlaris” maka peneliti mulai memilih krim malam yang sesuai dari toko yang berbeda

4.9 Jenis Data

Jenis data yang digunakan dalam penelitian ini, yaitu data kualitatif. Menurut Sugiyono dalam (Limaaniyah, 2019) data kuantitatif merupakan metode penelitian yang berlandaskan positivistic (data konkrit), data penelitian berupa angka-angka yang akan diukur menggunakan statistik sebagai alat uji penghitungan, berkaitan dengan masalah yang diteliti untuk menghasilkan suatu kesimpulan. Filsafat positivistic digunakan pada populasi atau sampel tertentu.

4.10 Pengolahan Data

Data yang diperoleh diolah menggunakan metode linearitas. Linearitas merupakan kemampuan suatu metode untuk memperoleh hasil-hasil uji secara langsung proporsional dengan konsentrasi analit pada kisaran yang diberikan (Pratama, 2017). Metode analisis didasarkan pada proses-proses dari suatu metode yang menghasilkan suatu respon yang linier dan meningkat atau menurun secara linier sebanding dengan konsentrasi analit. Adapun persamaan suatu garis lurus menghasilkan:

$$Y = bx + a$$

Keterangan:

y = respon analitik

a = intersep/perpotongan garis lurus dengan sumbu y

b = slope/kemiringan garis

4.11 Metode Validasi

Data dalam penelitian ini dianalisis dengan metode validasi analisis

1. Uji Linearitas

Nilai linieritas ditentukan dengan membaca absorbansi larutan standar konsentrasi 20 ppm, 30 ppm, 35 ppm, 40 ppm, dan 50 ppm. Hasil dari pembacaan absorbansi dihitung dari persamaan garis (regresi linier) dan koefisien korelasinya dihitung dengan rumus:

$$y = bx + a.$$

Keterangan :

y : Absorbansi sampel

a : Slope

x : Konsentrasi sampel

b : Intersep

2. Uji Presisi

Uji presisi dilakukan dengan cara metode pengulangan (repeability) yang dilakukan pada larutan konsentrasi 35 ppm dengan 6 kali pengulangan. Masing-masing diukur absorbansinya dengan spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang maksimum, setelah itu dicari rata-rata dari hasil pembacaan absorbansi yang diperoleh. Presisi ditentukan sebagai simpangan baku (SD) dan %RSD. Rumus perhitungan SD menurut (Riyanto, 2014) adalah sebagai berikut.

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (xi - x)^2}{n - 2}}$$

Keterangan :

SD : Standar Deviasi

Xi : Konsentrasi sampel

X : Rata-rata absorbansi sampel

N : Jumlah sampel

Kriteria seksama diberikan jika metode memberikan nilai %RSD sebesar 2% atau kurang. Akan tetapi kriteria ini sangat fleksibel tergantung pada konsentrasi analit yang diperiksa. Rumus perhitungan %RSD menurut (Riyanto, 2014) adalah sebagai berikut.

$$\%RSD = \frac{\text{standar deviasi (SD)}}{\text{harga rata-rata (x)}} \times 100\%$$

Keterangan :

X : Kadar rata-rata sampel

SD: Standar Deviasi

RSD : Relative Standard Deviation

3. Uji Akurasi

Dipipet 3 ml, 3,05 ml, 4 mL baku retinol 100 ppm dan ditambahkan ke dalam larutan uji dalam labu ukur 10 mL. Campuran tersebut kemudian dilarutkan dengan metanol hingga tanda batas Ke dalam masing-masing labu ukur tersebut lalu ditambahkan metanol sampai garis tanda. Dikocok

hingga homogen.

4. Identifikasi dan penetapan kadar retinoat di dalam krim malam

Sampel ditimbang kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml. kemudian ditambah methanol lalu kocok hingga homogen, kemudian di plotkan pada persamaan regresi linier ($y=bx+a$). Untuk mendapatkan kadar % retinoate dalam sampel dihitung dengan menggunakan rumus :

$$C_s = \frac{C \times F_p \times V}{W} \times 100\%$$

Keterangan :

C_s = Konsentrasi sampel (%)

C = Konsentrasi yang diperoleh dari persamaan regresi kurvakalibrasi

F_p = Faktor pengenceran

W = Bobot sampel (mg)

V = Volume labu ukur (liter)

