

BAB III METODE PENELITIAN

A. Populasi dan Sampel

1. Populasi

Populasi pada penelitian ini yaitu krim pencerah wajah yang beredar di pasar tengah kota Lampung

2. Sampel

Sampel pada penelitian ini yaitu krim pencerah wajah yang memiliki keterangan *whitening cream* di kemasan

B. Variabel Penelitian

Variabel penelitian merupakan objek yang akan dijadikan sebagai contoh, ukuran dan ciri yang dapat dimiliki suatu objek pada penelitian tertentu (Notoatmodjo, 2012). Ada dua jenis variabel variabel utama dalam penelitian ini, yakni variabel bebas dan variabel terikat.

1. Variabel Bebas (*Independent Variable*)

Variabel bebas merupakan variabel yang mempengaruhi variabel terikat. Variabel bebas yang digunakan dalam penelitian ini kandungan merkuri pada krim pencerah wajah

2. Variabel Terikat (*Dependent Variable*)

Variabel terikat yakni variabel yang dipengaruhi oleh variabel bebas. Variabel terikat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu kadar merkuri.

C. Definisi Operasional Variabel Utama

1. Krim pencerah wajah adalah perpaduan bahan kimia yang efektif dalam meminimalkan pigmentasi kulit serta membuatnya nampak bersih, putih dan cerah.
2. Kandungan merkuri pada krim pemutih wajah adalah sebagai bahan aktif yang dapat bertindak menjadi agen pereduksi kulit (*blanching*).
3. Merkuri adalah bahan yang berwujud cair berwarna putih keperakan dan sangat beracun dan berbahaya untuk seluruh makhluk hidup.
4. *Spektrofotometer Serapan Atom* (SSA) adalah alat *spektrofotometer* dengan pemanfaatan fenomena serapan untuk dijadikan landasan dalam mengukur.

D. Alat dan Bahan

Pengumpulan data dilakukan di laboratorium kimia dimana alat yang digunakan adalah alat yang ada atau telah disediakan di laboratorium penelitian.

1. Bahan

Krim Pencerah Wajah 5 sampel, aquadestilata, larutan baku merkuri nitrat 1000 ppm, Asam Nitrat Pekat (HNO_3) 13 M, Asam Klorida Pekat (HCl) 38%, Kalium Iodida (KI) 0,5 N

2. Alat

Pipet volume, pipet *mikro*, *beaker glass*, labu tentukur 100,0 mL, cawan, kertas saring (*Whatman* 42) corong kaca, *stopwatch*, jangka sorong, timbangan, *hot plate*, *watch glass*, rak tabung, tabung reaksi dan *Spektrofotometer Serapan Atom* (SSA).

E. Jalannya Penelitian

1. Pembuatan Larutan Aqua Regia

Sejumlah 75 mL (HCl) pekat & 25 mL (HNO_3) pekat dengan perbandingan 3:1 dimasukkan ke dalam labu tentukur 100,0 mL lalu dikocok hingga larut serta tercampur (Trisnawati *et al.*, 2017).

2. Preparasi Sampel dengan Destruksi Basah

Ditimbang dengan seksama 0,5 gram sampel, dimasukkan 20,0 mL *aqua regia* dalam *beaker glass* 100,0 mL dan ditutup menggunakan *watch glass* didalam lemari asam. Lalu dipanaskan menggunakan pemanas (*hot plate*) diletakan di atas *hot plate* yang bersuhu 100 °C dalam waktu 3 jam sampai proses destruksi selesai yang mana berwujudkan larutan jernih. Setelah itu, dilakukan pendinginan lalu dilakukan penyaringan menggunakan kertas saring (*whatman* 42) pada labu tentukur 50,0 mL, selanjutnya didinginkan terlebih dahulu dan dipindahkan ke botol (Angraeni *et al.*, 2018).

3. Analisis Kualitatif dengan KI 0,5 N

3.1 Pembuatan larutan uji sampel yang mengandung merkuri. Ditimbang dengan seksama 2,0 gram sampel, ditambah akuades 25,0 mL kemudian ditambah 10,0 mL asam nitrat serta asam klorida yang dicampurkan kemudian dilakukan penguapan hingga hampir mengering, kemudian sisa penguapannya ditambahkan *aquadestilata* 10,0 mL kemudian dilakukan pemanasan dengan waktu 5 menit, kemudian didinginkan serta lakukan penyaringan menggunakan kertas saring *whatman* (Mardin, 2012).

3.2 Pembuatan Larutan KI 0,5N. Pembuatan larutan kalium iodida 0,5 N, diambil 2,0 gram kalium iodida selanjutnya dimasukkan ke dalam labu tentukur 25,0 mL serta ditambahkan dengan *aquadestilata* 25,0 mL, selanjutnya dikocok hingga homogen.

3.3 Analisis merkuri dengan reagen warna KI (Kalium Iodium). Masing-masing dipipet 1,0 mL larutan uji ke dalam tabung reaksi, lalu ditambah 5 tetes larutan KI 0,5 N. Jika positif maka akan membentuk endapan merah jingga (Mardin, 2012).

4. Uji Kuantitatif

4.1 Pembuatan Larutan Baku Merkuri. Larutan induk merkuri murni 1000 ppm, dipipet 1,0 mL selanjutnya diteteskan pada labu tentukur 100,0 mL, selanjutnya ditambah *aquadestilata* sampai dengan tanda batas volume 100,0 mL dikocok hingga homogen, dan didapatkan konsentrasi 10 ppm (Syafnir et al., 2011).

Larutan konsentrasi 10 ppm kemudian dilakukan pemipetan 5,0 mL, kemudian dimasukan menuju tentukur 100,0 mL, selanjutnya ditambah *aquadestilata* 100,0 mL, dikocok hingga homogen, didapat konsentrasi 500 ppb (Syafnir et al., 2011).

4.2 Pembuatan Larutan Kurva Kalibrasi. Larutan merkuri baku dengan konsentrasi 500 ppb, dilakukan pemipetan sebanyak 2,4,6,8,10,12 ml, selanjutnya dimasukkan menuju labu tentukur 100,0 mL, kemudian ditambah *aquadestilata* sampai tanda batasnya 100,0 mL, dikocok hingga homogen, dengan demikian mendapatkan konsentrasi masing-masing yaitu 10,20,30,40,50, dan 60 ppb. Kemudian diukur serapan nya menggunakan *Spektrofotometri Serapan Atom* Uap Dingin dengan panjang gelombang 253,7 nm (Syafnir, L. dan Putri, A. P. 2011).

4.3 Penentuan Kadar Merkuri dalam Sampel. Setiap sampel yang telah terdestruksi serta dilakukan 10 kali pengenceran di labu tentukur 100,0 mL, selanjutnya pengukuran satu demi satu menggunakan *Spektrofotometer Serapan Atom* uap dingin dengan panjang gelombang 253,7 nm. dengan demikian diperoleh nilai absorbansi serta konsentrasi pada setiap sampelnya (Fithriani *et al.*, 2013).

5. Validasi Metode

5.1 Uji Linearitas. Perolehan kurva standar merkuri, diperoleh hasil absorbansi dalam penghitungan nilai *koefisien* (r), kemiringan (*slope*) serta konstanta *regresi* $y = a + bx$ (Galenika, 2016).

5.2 Uji Presisi. Larutan standar merkuri dikonsentrasinya 30 ppb dilakukan pengukuran absorbansinya menggunakan *Spektrofotometer Serapan Atom* dengan panjang gelombang 253,7 nm dilakukan pengulangan sebanyak 6 kali (Afidatul dan Khoirul, 2020). Hasil absorbansi yang didapat dimanfaatkan dalam penghitungan:

$$\begin{aligned} \text{Rata-Rata Absorbans} & : \bar{y} = \frac{y^1 + y^2 + y^3}{n} \\ \text{Standar Deviation (SD)} & : SD = \sqrt{\frac{\sum (y - \bar{y})^2}{n-1}} \\ \text{Relative Standar Deviation (RSD)} & : \% RSD = \frac{SD}{\bar{y}} \times 100\% \\ \text{Ketelitian Alat} & : KA = 100\% - \frac{SD}{\bar{y}} \end{aligned}$$

5.3 Batas deteksi (*Limit of Detection*, LOD) dan Batas Kuantifikasi (*Limit of Quantification*, LOQ). Batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) dihitung dari persamaan regresi kurva kalibrasi baku pembanding. Langkah-langkah perhitungan penentuan LOQ dan LOQ yaitu menentukan nilai y' dengan rumus $y = a + bx$ menggunakan hasil dari perhitungan linearitas, setelah itu dihitung $(y - y')^2$ lalu hasilnya dirata-ratakan. Selanjutnya dihitung nilai sigma

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum (y - y')^2}{n - 2}}$$

Untuk menenukan LOD dan LOQ, selanjutnya dihitung menggunakan rumus :

$$LOD = \frac{3S_y}{b} \text{ dan } LOQ = \frac{10S_y}{b}$$

Untuk linieritas, sebaiknya harga $V_{xo} \leq 2\%$ (Ahuya, 2000).

5.4 Akurasi Pengujian akurasi dilakukan dengan mengukur absorbansi merkuri konsentrasi 10 ppb, 40 ppb, dan 60 ppb. Masing – masing diukur sebanyak tiga kali, lalu didapatkan hasil asorbansi di setiap konsentrasi. Langkah perhitungannya yaitu dengan menghitung nilai X dengan rumus $\frac{y-a}{b}$, setelah itu dihitung konsentrasi dalam % menggunakan nilai X dan konsentrasi lalu dirata-ratakan. Dengan persyaratan % perolehan kembali 90%-110% (Miller 2005).