

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

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

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

Populasi adalah semua objek yang menjadi sasaran penelitian. Populasi yang digunakan dalam penelitian ini adalah toner kosmetik asam salisilat yang beredar di wilayah Kota Surakarta.

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

Sampel adalah sebagian dari populasi yang digunakan dalam penelitian ini yang dapat mencerminkan populasinya. Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah toner asam salisilat yang beredar di pasaran Kota Surakarta dengan 3 merek yang berbeda yaitu: merek A, Merek B, dan Merk C. Pengambilan sampel dilakukan di berbagai toko kosmetik daerah Kota Surakarta secara langsung.

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

##### **1. Identifikasi Variabel Utama**

Variabel utama dalam penelitian ini adalah identifikasi kandungan asam salisilat pada toner yang beredar di pasaran secara spektrofotometri Uv-Vis.

##### **2. Klasifikasi Variabel Utama**

Variabel bebas pada penelitian ini adalah variabel yang sengaja diubah untuk mempelajari pengaruhnya terhadap variabel tergantung. Variabel bebas penelitian ini adalah beberapa merek toner asam salisilat yang tersedia di pasar Kota Surakarta.

Variabel tergantung adalah variabel yang dipengaruhi oleh variabel bebas. Variabel tergantung penelitian ini adalah kandungan asam salisilat dalam toner.

Variabel terkontrol merupakan variabel terikat, harus dinetralisir atau ditetapkan kualifikasinya sehingga peneliti lain dapat mengulang hasilnya dengan cepat, variabel terkontrol dalam penelitian ini adalah kondisi penelitian dan alat penelitian.

### **3. Definisi Operasional Variabel Utama**

Definisi operasional variabel utama dalam penelitian ini adalah:

- a. Bahan aktif asam salisilat adalah bahan aktif yang diperbolehkan ditambahkan dalam sediaan kosmetik dengan persyaratan.
- b. Toner yang digunakan adalah toner yang beredar di pasaran yang memiliki merek diambil 3 sampel yang berbeda yang sudah terdapat izin edar dari BPOM.
- c. Mengidentifikasi kandungan asam salisilat dalam toner menggunakan spektrofotometri UV-Vis.

### **C. Bahan dan Alat**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi labu takar 50 ml; 100 ml dan 25 ml, pipet volume 1 ml; 2 ml dan 5 ml, pipet ukur 1 ml dan 2 ml, timbangan analitik, perkamen, spatula, gelas ukur 10 ml, kertas saring, corong kaca, batang pengaduk, beaker glass, kuvet kaca, Spektrofotometri UV-Visible.

Bahan-bahan yang digunakan untuk penelitian ini meliputi Standar baku asam salisilat murni, etanol 95%, aquadest,  $\text{FeCl}_3$  1% dalam HCl 1%, dan sampel toner anti jerawat.

### **D. Jalannya Penelitian**

#### **1. Sampling Toner Asam Salisilat**

Proses sampling toner asam salisilat berdasarkan produk yang beredar di wilayah kota Surakarta. Tiga merek toner kosmetik dipilih untuk dijadikan sampel, dalam penelitian ini sampel A, Sampel B, Sampel C.

#### **2. Uji Kualitatif**

Pengujian ini dilakukan dengan cara sampel murni diteteskan kedalam plat tetes sebanyak 3 tetes dan ditambahkan pereaksi  $\text{FeCl}_3$  sebanyak 1 tetes,

serta diamati perubahan warna yang terjadi. Jika reaksi positif maka akan memberikan warna ungu (Mahpudin 2016).

### **3. Pembuatan Larutan Standar Asam Salisilat 10.000**

Membuat baku standar asam salisilat sebagai pembanding. Menimbang 1 gram asam salisilat murni dan dilarutkan dalam 5 ml alkohol kemudian ditambahkan aquadest dalam labu takar 100 ml ad tanda batas sehingga didapatkan larutan standar asam salisilat 10.000.

### **4. Pembuatan Larutan Standar Asam Salisilat 1000 ppm**

Larutan standar asam salisilat diambil 10 ml, dimasukkan ke dalam labu takar 100 ml dilarutkan dalam 5 ml alkohol kemudian ditambahkan aquadest ad tanda batas sehingga didapatkan larutan standar asam salisilat 1000 ppm.

### **5. Penentuan Operating Time**

Mengambil 2 ml larutan induk, dimasukkan dalam labu takar 50 ml, ditambahkan 5 ml  $\text{FeCl}_3$  1% dalam HCl 1%, ditambahkan aquadest ad tanda batas. Mengukur serapan pada Panjang gelombang 525 nm sampai didapat absorbansi yang stabil.

### **6. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum**

Mengambil 2 ml larutan induk dimasukkan dalam labu takar 50 ml, ditambahkan 5 ml  $\text{FeCl}_3$  1% dalam HCl 1%, ditambahkan aquadest ad tanda batas. Mengukur serapan dari data operating time yang diperoleh pada Panjang gelombang 500 nm – 600 nm dengan interval 5 nm.

### **7. Pembuatan Kurva Kalibrasi**

Menyiapkan 5 buah labu takar, dipipet larutan stok asam salisilat masing-masing 1 ml; 1.2 ml; 1,5 ml; 1,7 ml; 2 ml ke dalam labu takar 50 ml sehingga didapatkan larutan dengan konsentrasi 20 ppm, 25 ppm, 30 ppm, 35 ppm, dan 40 ppm. Mengukur serapan pada operating time dan Panjang gelombang maksimum yang diperoleh.

### **8. Penetapan kadar sampel**

disiapkan sampel A, B, dan C dalam toner kosmetik (anti acne) dan setiap sampel dilakukan 3 kali replikasi dengan perlakuan sebagai berikut:

- a. Sebanyak 5 ml larutan sampel dipipet menggunakan pipet volumetrik dan dimasukkan ke dalam labu takar 50 ml, dilarutkan dalam 5 ml alkohol kemudian ditambah air ad tanda batas dikocok homogen.
- b. Diambil sebanyak 2 ml menggunakan pipet volumetrik pada hasil pengenceran pertama dan dimasukkan ke dalam labu takar 25 ml tambahkan 5 ml ferrinitrat 1% dalam asam nitrat 1% ditambahkan aquades ad tanda batas.
- c. Membaca absorbansi sampel tersebut dengan menggunakan  $\lambda$  maksimum dan *operating time* yang didapat.

### E. Analisis Data

Data yang diperoleh dianalisis secara kualitatif dan kuantitatif. Analisis kualitatif Uji kualitatif adalah untuk mengidentifikasi senyawa fenol pada asam Salisilat. Berdasarkan percobaan bahwa saat dilakukan dengan cara penambahan  $\text{FeCl}_3$  akan memberikan warna ungu, karena asam Salisilat adalah senyawa yang mengandung fenol maka reaksi  $\text{FeCl}_3$  dengan asam Salisilat juga akan memberikan warna ungu (Fatmawati, 2017). Analisis kuantitatif menggunakan metode baku luar. menghasilkan kurva baku yang merupakan hubungan konsentrasi (x) dengan perbandingan absorbansi asam salisilat (y), sehingga diperoleh persamaan garis lurus  $y = a + bx$ . Kadar asam salisilat pada sampel yang diperoleh dinyatakan sebagai ppm. Setiap sampel dilakukan tiga kali replikasi, kemudian dihitung persen kadar. Untuk menentukan kadar asam salisilat harus dibuat persamaan kurva regresi dari larutan standar, kemudian data absorbansi sampel dimasukkan dalam persamaan sehingga diperoleh kadar sampel dengan menggunakan rumus :

$$y = bx + a$$

Keterangan :

y = absorbansi

a = slope

b = intersep

x = konsentrasi

kadar sampel yang diperoleh (*ppm*, dikonversikan dalam satuan persentase (%)). (Nofita, 2018).

Hasil penelitian ini dibandingkan dengan studi sebelumnya oleh Zahra et al. (2020) yang dilakukan di Surabaya, di mana kadar asam salisilat yang ditemukan dalam produk toner lokal berada pada kisaran 0,8–1,3% menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis. Studi tersebut juga melaporkan nilai koefisien determinasi ( $R^2$ ) sebesar 0,998, yang menunjukkan tingkat akurasi dan linearitas yang tinggi pada kurva kalibrasi. Perbandingan ini bertujuan untuk mengevaluasi konsistensi kadar asam salisilat antar merek dan wilayah distribusi, serta mengidentifikasi kemungkinan adanya variasi signifikan yang dapat dipengaruhi oleh formulasi produk atau regulasi lokal.