BAB III
METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Jenis Penelitian

Jenis penelitian ini adalah deskriptif. Penelitian deskriptif ini dilakukan untuk mengetahui adanya kandungan logam berat merkuri (Hg) pada sampel krim pemutih wajah yang dijual di toko *online* dengan rating penjualan tertinggi dan terlaris.

3.2 Waktu dan Tempat penelitian

Waktu penelitian ini dilakukan pada bulan Januari hingga bulan Februari 2025. Preparasi sampel dan proses destruksi basah logam berat merkuri (Hg) dilakukan di Laboratrium Farmakognosi dan Fitokimia Jurusan Anafarma Polkesma dan untuk uji kuantitatif pengukuran kadar logam berat merkuri (Hg) menggunakan instrumen GFAAS dengan *Mercury Vaporizer Unit* (MVU) dilakukan di Laboratorium Terpadu Fakultas Teknologi Pertanian (FTP) Universitas Brawijaya Malang.

3.3 Populasi dan Sampel

3.3.1 Populasi

Pada penelitian ini yang dijadikan sebagai populasi adalah krim pemutih wajah yang dijual di toko *online* terutama di Shopee.

3.3.2 Teknik Pengambilan Sampel

Teknik pengambilan sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah *purposive sampling*, dikarenakan populasi lebih dari 100. Dengan menggunakan teknik *purposive sampling,* sampel yang diujikan diharapkan dapat mewakili kriteria yang telah ditentukan.

Peneliti menggunakan metode ini dikarenakan, tidak semua sampel telah memenuhi kriteria yang digunakan pada penelitian. Adapun kriteria yang ditentukan adalah rating penjualan tertinggi dan terlaris dengan mempertimbangkan harga dibawah Rp. 50.000. Sampel krim dengan harga di bawah Rp 50.000 lebih banyak

diminati oleh konsumen, karena harganya yang terjangkau. Sampel dalam penelitian ini adalah 3 penjualan tertinggi krim pemutih wajah yang terdiri dari krim siang dan krim malam yang belum memiliki izin edar BPOM. Sehingga total sampel yang digunakan adalah sejumlah 6 sampel (3 krim siang dan 3 krim malam).

3.3.3 Sampel

Sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah Krim Pemutih Wajah yang terdiri dari krim siang dan krim malam yang dijual di toko *online*.

3.4 Alat dan Bahan

3.4.1 Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah neraca analitik (RADWAG® AS 220.R2), spatula, gelas *beaker* (IWAKI® 50 ml), gelas *beaker* (IWAKI® 100 ml), gelas *beaker* (IWAKI® 500 ml), batang pengaduk, botol semprot, tabung reaksi tutup ulir (IWAKI® 20 ml), rak tabung, *hotplate* (THERMO SCIENTIFIC®), *aluminium foil*, corong kaca (PYREX® diameter 60 mm), labu tentukur (PYREX® 50 ml), labu tentukur (PYREX® 200 ml), labu tentukur (PYREX® 1000 ml), pipet ukur (PYREX® 10 ml), bola hisap, pipet tetes (NORMAX® 230 mm), mikropipet (QLINIPETTE), *yellow tip*, thermometer (ALLA FRANCE), lemari asam, lemari pendingin, AAS Shimadzu AA 7800 dengan *Mercury Vaporizer Unit* (MVU-*100*), lampu katoda berongga Hg, botol kaca gelap 50 ml, dan kertas label.

3.4.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah sampel krim pemutih wajah (3 krim siang dan 3 krim malam) yang dibeli di toko *online*, standart Hg (MERCK®), aquadest, asam nitrat (HNO_3) pekat (MERCK® 65%), $SnCl_2.2H_2O$ (MERCK®), H_2SO_4 (MERCK® 98%), $HCl_{(p)}$ (MERCK®), $KMnO_4$ (MERCK®), dan kertas saring *whattman* no.40.

3.5 Variabel Penelitian

3.5.1 Variable bebas

Variabel bebas pada penelitian ini adalah sampel sediaan krim pemutih wajah yang dijual di toko *online* dengan rating penjualan tertinggi.

3.5.2 Variabel terikat

Variabel terikat pada penelitian ini adalah nilai kadar logam berat merkuri (Hg) dalam sampel sediaan krim pemutih wajah.

3.6 Definisi Operasional Variabel

Tabel 3. 6 Definisi Operasional Variabel

No.	Variabel	Definisi	Metode	Hasil ukur	Skala ukur
1.	Variabel bebas : sampel krim pemutih wajah	Sampel krim pemutih wajah ini terdiri dari krim siang dan krim malam yang dijual di toko *online* (Shopee) dengan rating penjualan tinggi yaitu 4,8 dengan angka penjualan tertinggi 10rb++ yang berdasarkan kisaran harga dibawah Rp. 50.000.	Observasi	Sampel krim pemutih wajah (3 krim siang dan 3 krim malam) dengan 3 kali replikasi. Jadi total sebanyak 18 sampel.	Nominal
2.	Variabel terikat :	Kadar logam berat merkuri	Spektrometri	Nilai kadar	Rasio

No.	Variabel	Definisi	Metode	Hasil ukur	Skala ukur
	kadar logam berat merkuri (Hg)	(Hg) dalam krim pemutih wajah (krim siang dan krim malam) yang dinyatakan dalam satuan µg/l	Serapan Atom		

3.7 Prosedur Penelitian

3.7.1 Preparasi Reagen

3.7.1.1 Larutan $SnCl_2$ 0,443M (Larutan Pereduksi)

Langkah awal yang dilakukan yaitu menimbang 20 g $SnCl_2.2H_2O$, kemudian dilarutkan dengan $HCl_{(p)}$ sebanyak 40 ml. Dimasukkan kedalam labu tentukur 200 ml dan ditambahkan dengan aquadest hingga tanda batas. Homogenkan.

3.7.1.2 Larutan H_2SO_4 1 N (Larutan Blanko)

Larutan H_2SO_4 98% dipipet sebanyak 5,5 ml, kemudian dilarutkan dengan aquadest dalam gelas *beaker*. Dimasukkan kedalam labu tentukur 200 ml dan ditambahkan dengan aquadest hingga tanda batas dan homogenkan.

3.7.1.3 Larutan Penyerap Merkuri (Larutan Buangan)

1. Larutan H_2SO_4 5%

   Larutan H_2SO_4 98% diambil sebanyak 51 ml, kemudian dimasukkan kedalam labu tentukur 1000 ml dan ditambahkan dengan aquadest hingga tanda batas dan homogenkan.

2. Larutan $KMnO_4$ 0,5%

Langkah awal yang dilakukan yaitu menimbang 5 g $KMnO_4$, kemudian dimasukkan sedikit demi sedikit sambil dikocok kedalam larutan H_2SO_4 5% yang telah dibuat.

3.7.2 Pembuatan Larutan Standar Hg 1000 ppm

Langkah awal yang dilakukan adalah menimbang serbuk merkuri nitrat $(HgNO_3)_2$ sebanyak 0,1 gram, kemudian dilarutkan dengan sedikit asam nitrat (HNO_3) 2 mol/l dalam gelas *beaker.* Dimasukkan kedalam labu tentukur 100 ml dan ditandabataskan dengan asam nitrat (HNO_3) 2 M (mol/l). Kocok hingga homogenkan, sehingga diperoleh konsentrasi larutan standar Hg 1000 ppm.

3.7.3 Pembuatan Larutan Deret Standar

Buat larutan deret standar Hg dengan memipet 0,1 µl; 0,2 µl; 0,4 µl; 0,8 µl; dan 1,2 µl larutan standar merkuri (Hg) 1000 mg/L (ppm) dalam larutan asam sulfat (H_2SO_4) 5% v/v pada labu tentukur 200 ml untuk mendapatkan konsentrasi larutan 0,5; 1; 2; 4 dan 6 µg/L (ppb).

3.7.4 Preparasi Sampel dengan Destruksi Basah

Masing-masing sampel ditimbang sebanyak 0,5 gram, kemudian dimasukkan kedalam tabung reaksi dengan tutup ulir dan ditambahkan dengan 7 ml asam nitrat (HNO_3) pekat. Panaskan didalam gelas *beaker* yang telah terisi air panas diatas hotplate pada suhu maksimum 60ºC selama tidak kurang dari 3 jam. Larutan dalam tabung reaksi tutup ulir didinginkan, kemudian diencerkan dengan aquadest hingga 50 mL Diamkan selama 24 jam dalam lemari pendingin. Larutan kemudian disaring melalui kertas saring *Whatman no. 40*. Larutan hasil destruksi basah inilah yang digunakan untuk analisis (BPOM, 2011). Selanjutnya pada larutan sampel uji dilakukan pengenceran 3 kali menjadi larutan sampel uji dengan volume 150 ml. Sampel dengan kode 1 adalah krim siang dan sampel dengan kode 2 adalah krim malam.

3.7.5 Pengukuran Larutan Sampel menggunakan AAS MVU

Langkah pertama yang harus dilakukan adalah meletakkan *absorption cell* pada *burner head* AAS. Kemudian disiapkan larutan buangan (H_2SO_4 5% dan $KMnO_4$ 0,5%). Diisi pipa U dengan menggunakan larutan $Mg(ClO_4)_2$. Setting *Mercury Vaporizer Unit* (MVU) pada mode *Circular,* lalu klik *Close*. Pastikan posisi *switch power OFF*, klik *exhaust measure*.

Selanjutnya siapkan larutan blanko dalam wadah reaksi + batang magnet. Atur *switch power ON*, klik *speed magnetic stirrer*. Dimasukkan larutan 5 ml $SnCl_2$ (berlebih), tunggu hingga absorban stabil, kemudian klik *Blank* pada layar *WizAArd* AAS. Atur *exhaust clear* dan tunggu sampai absorban mendekati nol. Atur posisi *power OFF*. Ganti wadah reaksi dengan larutan berikutnya dan ulangi langkah pengerjaan mulai dengan setting MVU. Kemudian untuk setting dapat mengikuti aturan blanko klik *blank*, standar klik *start*, dan sampel klik *start*.

3.7.6 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Larutan deret standar diinjeksikan ke dalam alat AAS (Shimadzu AA 7800) dan MVU-100 (*Mercury Vaporizer Unit*). Buat kurva antara respon absorbansi (serapan atau tinggi puncak) dengan kadar terhadap konsentrasi dalam satuan µg/L (ppb) dari masing-masing larutan baku.

3.7.7 Penentuan Kadar Merkuri dalam Sampel

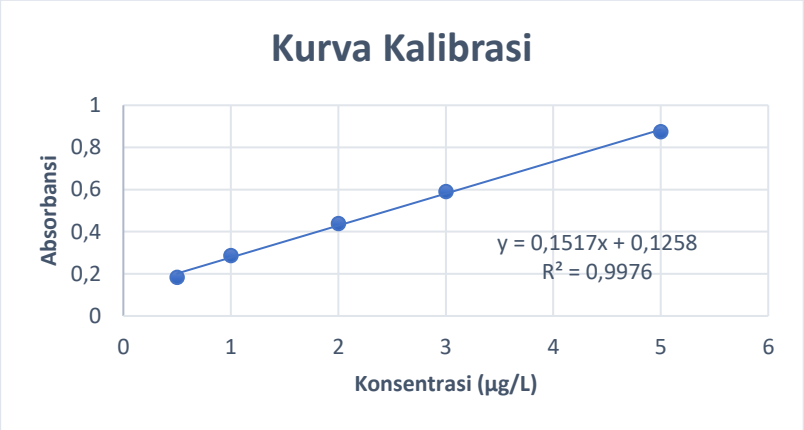
Selanjutnya sampel diukur satu persatu dengan Spektrometer Serapan Atom Tanpa Nyala (GFAAS) MVU (*Mercury Vaporizer Unit*) pada panjang gelombang 253,7 nm. Dan diperoleh nilai absorbansi beserta konsentrasi dari masing-masing sampel. Kemudian memasukkan absorbansi larutan sampel terhadap persamaan linier yang didapat sehingga diperoleh konsentrasi sampel uji dalam µg/L (ppb).

3.8 Penyajian, Pengolahan dan Analisis Data

Data yang diperoleh disajikan dalam bentuk tabel dan kurva kalibrasi sebagai berikut:

Tabel 3. 8. 1. 1 Data Absorbansi Larutan Deret Standar

No.	Konsentrasi	Absorbansi
1		
2		
3		
4		
5		



Gambar 3. 8. 1 Grafik Kurva Kalibrasi

Tabel 3. 8. 1. 2 Data Kadar Logam Berat Merkuri Pada Sampel

Kode Sampel	Rata-rata Kadar Hg (ppm)	Standar	Keterangan (MS/TMS)
A1		≤ 1 mg/kg atau 1 mg/l (1 ppm)	
A2			
B1			
B2			
C1			
C2			

Data yang diperoleh dari hasil pengukuran analisis logam berat merkuri (Hg) pada sampel krim pemutih wajah menggunakan metode Spektrometri Serapan Atom diolah menjadi kurva kalibrasi dengan persamaan regresi

Y = bx + a

Selanjutnya nilai absorbansi pada sampel dimasukkan dalam persamaan regresi untuk mendapatkan hasil konsentrasi (Cu). Untuk memperoleh nilai kadar logam merkuri (Hg) pada sampel, konsentrasi larutan sampel yang diperoleh, kemudian dihitung dengan rumus:

$$\text{Kadar Logam } (\mu g/g) = \frac{Cu}{Bu} \text{ x } \frac{1}{1000} \text{ x F x Fp}$$

Keterangan :

Cu = konsentrasi logam berat Hg (µg/L) dalam sampel yang dihitung dari kurva kalibrasi

F = volume larutan uji (ml)

Fp = faktor pengenceran

Bu = bobot sampel (g) dari larutan uji

Data kadar logam berat merkuri (Hg) pada sampel krim pemutih wajah akan dianalis dengan membandingan persyaratan yang telah ditetapkan oleh Peraturan Badan Pengawasan Obat dan Makanan Republik Indonesia (BPOM RI) No. 16 Tahun 2024, tentang Batas Cemaran dalam Kosmetik, bahwa batas cemaran logam berat merkuri (Hg) dalam sediaan kosmetik adalah tidak lebih dari 1 mg/kg atau 1 mg/l (1 ppm). Kemudian dibuat kesimpulan sampel yang dianalisis termasuk memenuhi syarat atau tidak memenuhi syarat.