

## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1. Jenis Penelitian

Berdasarkan sifatnya dan jenis data yang dianalisis penelitian ini merupakan penelitian observasi deskriptif, dimana penelitian yang datanya dihimpun dengan cara peneliti melakukan pengamatan. Oleh karena itu penelitian ini dilakukan dengan mengidentifikasi adanya kandungan *hydroquinone* pada krim pemutih herbal yang diperjualbelikan di Pasar Besar Kepanjen Kabupaten Malang.

#### 3.2. Populasi dan Sampel Penelitian

##### 3.2.1. Populasi

Populasi dalam penelitian ini adalah seluruh sediaan krim pemutih herbal yang diperjualbelikan dan diperoleh dari berbagai pedagang di Pasar Besar Kepanjen Kabupaten Malang.

##### 3.2.2. Sampel

Dalam penelitian ini teknik sampling yang digunakan yaitu *nonprobability sampling* dengan teknik *purposive sampling*. Menurut Sugiyono (2016:85) bahwa: “*purposive sampling* adalah teknik pengambilan sampel sumber data dengan pertimbangan tertentu”. Alasan menggunakan teknik *Purposive Sampling* karena tidak semua sampel memiliki kriteria yang sesuai dengan fenomena yang diteliti. Oleh karena itu, teknik *Purposive Sampling* dipilih untuk menetapkan pertimbangan-pertimbangan atau kriteria-kriteria tertentu yang harus dipenuhi oleh sampel-sampel yang digunakan dalam penelitian ini.

Sampel dalam penelitian ini adalah empat macam sediaan krim pemutih herbal yang terdaftar dan belum terdaftar. Untuk 1 sampel yang terdaftar diambil dari krim pemutih herbal dengan merk terkenal, memiliki izin edar BPOM RI, mempunyai label herbal dan terdapat bahan herbal pada komposisinya. Sedangkan 3 sampel yang belum terdaftar diambil dari krim pemutih herbal dengan merk tidak terkenal dan tidak memiliki izin edar BPOM RI. Untuk 3 sampel ini diambil berdasarkan perbandingan harga, yaitu harga tinggi, sedang, dan rendah. Sampel dengan harga tinggi dan sedang mempunyai label herbal dan terdapat bahan herbal

pada komposisiya. Sedangkan sampel dengan harga rendah mempunyai label herbal tetapi tidak tercantumkan komposisinya pada kemasan.

### **3.3. Waktu dan Tempat Penelitian**

#### 3.3.1. Waktu

Waktu penelitian dilakukan pada bulan Januari - Maret 2021. Pegambilan sampel dilakukan pada bulan januari dan february. Sedangkan pegujian sampel dilaksanakan pada bulan maret.

#### 3.3.2. Tempat

Sampel penelitian diperoleh dari Pasar Besar Kepanjen Kabupaten Malang, penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Politeknik Kesehatan Kemenkes Malang yang berada di Jl. Besar Ijen No. 77 C di Kota Malang, dan pembacaan hasil penelitian dilakukan di Laboratorium Prodi Farmasi Universitas Ma Chung yang berada di Jl. Villa Puncak Tidar N-01 Malang.

### **3.4. Alat dan Bahan**

#### 3.4.1. Alat

- Sinar UV 254 nm WFH 204B
- Oven Memmert UN55
- Gelas kimia 50 mL Pyrex
- Neraca analitik Ohaus-CP214
- Plat tetes RRC
- Pipet tetes Hansaplast
- *Hot plate* Thermo Scientific
- Labu ukur 25 mL Pyrex
- Bejana kromatografi (*chamber*) Macherey Nagel
- Gelas ukur 25 mL Pyrex
- Corong gelas Pyrex
- Gelas arloji Pyrex
- Pengaduk kaca
- Spatula
- Penggaris
- Pensil

### 3.4.2. Bahan

- 4 sampel krim pemutih herbal
- Reagen FeCl<sub>3</sub> 1%
- Etanol 96%
- Kertas saring
- Aluminium foil
- Plat Kromatografi Lapis Tipis
- Fase diam: silika gel GF<sub>254</sub>
- Fase gerak: (N-heksana : aseton) dengan perbandingan 3:2.

### 3.5. Variabel Penelitian

Variabel yang diteliti dalam penelitian ini meliputi:

#### 3.5.1. Variabel Bebas

Variabel bebas yang terkait dalam penelitian ini adalah sediaan krim pemutih herbal.

#### 3.5.2. Variabel Terikat

Variabel terikat dari penelitian ini adalah hasil positif *hydroquinone*.

### 3.6. Definisi Operasional Penelitian

**Tabel 3. 1** Definisi Operasional Penelitian

Variabel	Definisi Operasional	Metode	Alat Ukur	Skala Ukur
Krim pemutih herbal	Krim pemutih merupakan campuran bahan kimia dan atau bahan lainnya dengan khasiat bisa memutihkan kulit atau memucatkan noda hitam (coklat) pada kulit (Anggraeni, 2014). Kosmetik herbal ini dapat diformulasikan	-	Neraca analitik	Rasio

	dari satu atau lebih bahan alami dengan aktivitas yang diinginkan (Shivanand dkk, 2010 : Bashirah D dan Putriana H.A, 2019)			
Hydroquinone	Hidrokuinon termasuk golongan senyawa fenol yang bersifat larut dalam air. Hidrokuinon banyak digunakan pada produk kosmetik, karena sifatnya sebagai antioksidan, berperan dalam proses penghambatan melanogenesis sehingga mengurangi warna gelap pada kulit. Namun demikian, tetap tidak bisa merubah kosmetik berbahaya menjadi layak digunakan dengan pengaruh positifnya tersebut (Tranggono dan Latifah, 2014).	Metode yang digunakan yaitu metode reaksi warna dan Kromatografi Lapis Tipis yang sesuai dengan SOP ACM INO 03	Perubahan warna dan Nilai Rf pada Plat Kromatografi Lapis Tipis diukur menggunakan penggaris	Nominal dan Rasio

### 3.7. Metode Penelitian

#### 3.7.1. Identifikasi Hidrokuinon menggunakan Reagen $\text{FeCl}_3$ (Afidatul dan Khoirul, 2020)

- Diambil sedikit krim pemutih herbal menggunakan spatula
- Diletakkan diatas plat tetes
- Ditetesi reagen  $\text{FeCl}_3$  2-3 tetes

- Diamati perubahan warna yang terjadi (hasil positif ditandai perubahan warna menjadi kehitaman)

### 3.7.2. Identifikasi Hidrokuinon Secara Kromatografi Lapis Tipis (SOP ACM INO 03)

Fase diam	: Silika Gel GF 254
Fase gerak	: N-heksan – Aseton (3 : 2)
Penampak bercak	: Sinar UV 254 nm
Volume Penotolan	: 20 µl
Jarak rambat	: 7,5 cm

### 3.7.3. Penyiapan Larutan Uji (Larutan A, B, C, dan D) (SOP ACM INO 03)

- Ditimbang 1,5 gram sampel krim pemutih herbal
- Dimasukkan kedalam labu ukur 25 mL
- Dilarutkan dengan 15 mL etanol 96%
- Dipanaskan diatas *hot plate* suhu 60°C hingga larut dengan ditutup alumunium foil
- Disaring menggunakan kertas saring
- Dipindahkan kedalam labu ukur 25 mL
- Ditambahkan etanol 96% sampai tanda batas
- Dibuat masing-masing larutan uji secara triplo

### 3.7.4. Penyiapan Larutan Baku (Larutan HQ) (SOP ACM INO 03)

- Ditimbang 0,05 gram baku hidroquinon
- Dimasukkan kedalam labu ukur 25 mL
- Ditambahkan dengan 5 ml etanol 96%
- Dikocok sampai larut
- Diencerkan dengan etanol 96% sampai tanda batas.

### 3.7.5. Penyiapan Larutan Campuran (Larutan C<sub>A</sub>, C<sub>B</sub>, C<sub>C</sub>, da C<sub>D</sub>) (SOP ACM INO 03)

- Dipipet larutan uji dan larutan baku masing-masing 1 mL
- Dimasukkan kedalam beaker glass 25 mL
- Diaduk hingga homogen

### 3.7.6. Cara Kerja Kromatografi Lapis Tipis (SOP ACM INO 03)

- Dibersihkan *chamber* dengan mencucinya dan dikeringkan
- Dijenuhkan *chamber* dengan cara dilapisi *chamber* dengan kertas saring lalu tuangkan eluen n-heksan : aseton (3 : 2), kemudian ditutup rapat dan biarkan jenuh yang ditandai dengan eluen naik sampai keatas kertas saring atau seluruh kertas saring basah. Kemudian diangkat kertas saring
- Disiapkan plat kromatografi lapis tipis dengan ukuran 7x9 cm kemudian tandai tempat penotolan/garis batas bawah berjarak 1 cm dari pinggir bawah plat dan 0,5 cm dari pinggir bagian atas plat. Diaktifkan plat kromatografi lapis tipis selama 10 menit pada suhu 100°C
- Dibilas pipet kapiler yang akan digunakan untuk penotolan dengan etanol.
- Ditotolkan larutan baku (HQ) sebanyak 20 µl menggunakan pipa kapiler yang telah dibilas etanol secara tegak lurus pada plat KLT yang sudah diberi kode HQ
- Ditotolkan larutan sampel A<sub>1</sub>, A<sub>2</sub>, dan A<sub>3</sub> sebanyak 20 µl menggunakan pipa kapiler yang telah dibilas etanol secara tegak lurus pada plat KLT yang sudah diberi kode A<sub>1</sub>, A<sub>2</sub>, dan A<sub>3</sub> dengan jarak masing-masing larutan 1,5 cm.
- Dimasukkan plat kromatografi lapis tipis yang sudah dilakukan penotolan masing-masing larutan ke dalam *chamber* yang telah dijenuhkan dengan eluen, kemudian *chamber* ditutup dan dibiarkan beberapa saat hingga eluen naik sampai batas atas dari plat kromatografi lapis tipis.
- Diangkat plat kromatografi lapis tipis dari dalam *chamber*, kemudian di keringkan dengan cara diangin-anginkan.
- Diamati bercak yang muncul di bawah sinar UV 254 nm dan tandai bercaknya menggunakan pensil.
- Dihitung nilai R<sub>f</sub> untuk masing-masing bercak.
- Dilakukan prosedur yang sama pada larutan sampel B, C, D, dan masing-masing larutan campuran.

### **3.8. Pengolahan, Penyajian, dan Analisis Data**

Data diperoleh dari hasil pemeriksaan sampel di laboratorium. Data disajikan dalam bentuk tabel data. Pada tabel data berisikan hasil uji masing-masing sampel. Data dianalisis dengan membandingkan hasil data SNI (Standar Nasional Indonesia) nomor 16-4954-1998 tentang Persyaratan Krim Pemutih Kulit untuk mengetahui keamanan krim pemutih herbal yang diperjualbelikan di Pasar Besar Kepanjen Kabupaten Malang.