

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **A. Desain Penelitian**

Penelitian yang dilakukan menggunakan desain penelitian dengan uji petik pada krim yang beredar di pasaran. Sampel di analisis dengan metode kualitatif dengan Kalium Iodida dan Pembentukan Amalgam dan metode kualitatif dengan *Mercury Analyzer*. Penelitian dilakukan secara kualitatif dan kuantitatif untuk mengetahui ada atau tidaknya kandungan merkuri dan berapa kadar merkuri di dalam krim wajah yang tidak ada nomor BPOM yang beredar di beberapa Pasar Wilayah Kabupaten Banjarnegara.

#### **B. Tempat dan Waktu Penelitian**

Penelitian dilakukan di Laboratorium Teknologi Farmasi Prodi Farmasi Fakultas Ilmu Kesehatan Universitas Muhammadiyah Yogyakarta dan Laboratorium Penelitian dan Pengujian Terpadu Universitas Gadjah Mada (LPPT UGM) selama 6 bulan mulai dari September sampai Februari 2019.

#### **C. Populasi dan Sampel**

1. Populasi merupakan keseluruhan dari objek penelitian (Notoatmodjo, 2005). Populasi penelitian ini adalah krim wajah yang tidak mempunyai nomor BPOM dijual di beberapa Pasar Tradisional di daerah Banjarnegara.
2. Sampel merupakan sebagian yang diambil dari keseluruhan objek yang diteliti yang dianggap mewakili seluruh populasi (Notoatmodjo, 2005). Sampel dari penelitian ini adalah krim wajah tidak dengan nomor registrasi BPOM sebanyak 21 sampel.

## **D. Kriteria Inklusi dan Eksklusi**

### **1. Kriteria inklusi**

Krim wajah yang tidak dengan nomor registrasi BPOM yang beredar di beberapa Pasar Tradisional Daerah Banjarnegara.

### **2. Kriteria eksklusi**

Krim wajah yang dengan nomor registrasi BPOM yang beredar di beberapa Pasar Tradisional Daerah Banjarnegara.

## **E. Instrumen Penelitian**

### **1. Alat penelitian**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah batang tembaga, amplas, kertas saring, penjepit bunsen, pipet tetes, pembakar bunsen, rak tabung, kompor listrik (Maspion ®), beaker glass (Pyrex ®), erlenmeyer 100 ml (Pyrex ®), labu takar 25ml; 100ml (Pyrex ®), pipet volume 1ml; 5ml; 10ml; 25 ml (Pyrex ®), pipet ukur 5ml; 50ml;100ml (Pyrex ®), tabung reaksi (Pyrex ®), timbangan digital (Mettler toledo AL 204), *Mercury analyzer* (AULA 254®).

### **2. Bahan penelitian**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel krim wajah sebanyak 21 jenis, larutan HNO<sub>3</sub> pekat (Bratachem ®), larutan HCl pekat (Bratachem ®), larutan KI 0,5 N (Merck ®), larutan standart mercury (Sigma-Aldrich®), larutan aquadest (Brataco ®), larutan KMnO<sub>4</sub> (Merck ®), Hydroxyl-aminehydrochloride (Merck ®), dan larutan SnCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O (Merck ®).

## F. Cara Kerja

### 1. Persiapan larutan

#### a. Pembuatan larutan KI 0,5 N

KI ditimbang seksama sebanyak 2 gram, dimasukkan ke dalam labu takar 25 ml kemudian ditambahkan aquadest sampai tanda tera, serta dikocok hingga homogen (Buyung, 2011).

#### b. Pembuatan larutan aquamregia

HCl pekat sebanyak 75 ml diambil kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 100 ml dan ditambahkan sebanyak 25 ml HNO<sub>3</sub> pekat dengan perbandingan 3 : 1 (Trisnawati, *et al*, 2017).

### 2. Pengujian Sampel Kualitatif

#### a. Destruksi basah

Ditimbang sampel kurang lebih 2 gram, kemudian ditambahkan aquadest 25 ml, setelah itu didestruksi basah dengan 10 ml larutan aqua regia. Dipanaskan di atas *hot plate* atau kompor listrik hingga sampel hampir kering, selama 15 menit, Selanjutnya, ditambahkan 10 mL aquadest, didihkan sebentar sekitar 5 menit, dinginkan, dan disaring (Sari, *et al*, 2017).

#### b. Cara uji identifikasi merkuri

##### 1) Uji amalgam

Larutan sampel diambil sebanyak 3 ml dimasukkan ke dalam tabung reaksi, kemudian batang tembaga diampas sampai mengkilap, lalu dicelupkan ke dalam tabung reaksi yang sudah

berisi larutan uji untuk beberapa saat, jika positif mengandung merkuri maka batang tembaga akan dilapisi bercak abu-abu mengkilap. Warna abu-abu akan menghilang jika dipanaskan pada nyala api bebas (Svehla, 1990).

2) Ujireaksiwarna dengan KI

Larutan sebanyak 1 ml dimasukkan kedalam tabung reaksi, kemudian 2 tetes larutan KI 0,5 N secara perlahan melalui dinding tabung reaksi dimasukkan. Jika positif mengandung merkuri maka terjadi endapan jingga (Svehla, 1990).

**3. Pengujian sampel kuantitatif dengan *Mercury analyzer***

a. Pembuatan kurva baku dan pembacaan sampel Air

Larutan induk Hg 100 ppm dipipet sebanyak 10 ml, kemudian dimasukkan dalam labu takar 100 mL, ditambahkan dengan aquadest sampai dengan tanda tera ( Hg : 1000 ppb). Setelah itu, dipipet sebanyak 0,1 mL larutan induk Hg 1000 ppb, dimasukkan dalam labu takar 10 mL, ditambahkan dengan aquadest hingga batas tanda tera (Hg : 10 ppb). Selanjutnya dibuat konsentrasi standar dengan rentang (ppb): 0,05; 0,1 ; 0,2; 0,4 ; 0,8 ; 1,6 ; 3,2 dengan cara dipipet masing-masing (mL) 0,05 ; 0,1 ; 0,2 ; 0,4 ; 0,8 ; 1,6 ; 3,2 masukan dalam labu takar 10 mL, ditambahkan 10 mL dengan aquadest, dituangkan dalam tabung reaksi.  $\text{KMnO}_4$  0,1 mL ditambahkan lalu digojog, ditambahkan *Hydroxyl-aminehydrochloride* 0,1 mL lalu digojog dan ditambahkan 0,5 mL  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . Terakhir dibaca dengan *Mercury analyzer* dengan

panjang gelombang 253,7 nm (Yustinus, *et al*, 2014 ; LPPT UGM, 2019).

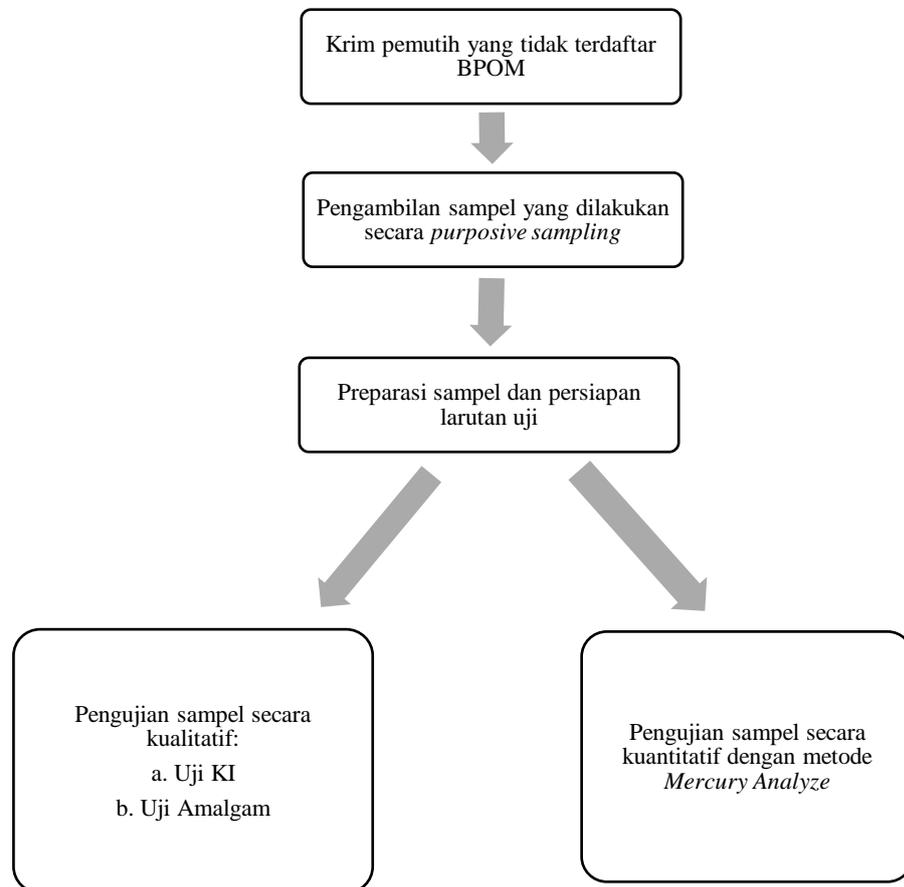
b. Preparasi sampel

Sampel ditimbang dan dimasukkan dalam Erlenmeyer 100 mL kemudian ditambah 10 mL  $\text{HNO}_3$  :  $\text{HClO}_4$  dengan perbandingan (1:1). Setelah itu dipanaskan di atas *hot plate* hingga jernih dan keluar asap putih. Disaring dan diambil sebanyak 50 ml dengan labu takar.

c. Pembacaan dengan *Mercury analyzer*

Sampel diambil dengan labu takar 10 mL, dimasukan dalam tabung reaksi, Ditambah dengan  $\text{KMnO}_4$  0,1 % 0,1 mL gojog ditambahkan *Hydroxylaminehydrochloride* 0,1 mL gojog dan ditambahkan 0,5 mL  $\text{SnCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ . Selanjutnya dibaca dengan *Mercury analyzer* dengan panjang gelombang 253,7 nm (Yustinus, *et al*, 2014; LPPT UGM, 2019).

### G. Skema Langkah Kerja



**Gambar 2.** Skema Langkah Kerja

Gambar 2 adalah skema langkah kerja dimana krim pemutih tidak dengan nomor registrasi BPOM yang beredar di beberapa Pasar Tradisional Daerah Banjarnegara, dilakukan pengambilan sampel dengan teknik *purposive sampling*. Kemudian di analisis secara kualitatif untuk mengetahui ada atau tidak kandungan merkuri di dalam krim tersebut dan secara kuantitatif untuk mengetahui berapa kadar merkuri di dalam krim tersebut. Hal yang pertama

dilakukan adalah preparasi sampel dengan cara didestruksi dengan larutan aqua regia sebanyak 10 ml dan persiapan larutan berupa larutan KI 0,5 N dan larutan aqua regia yang terdiri dari perbandingan 3 : 1 larutan HCl dan HNO<sub>3</sub>. Setelah itu diuji dengan uji reaksi warna KI dan uji Amalgam. Uji reaksi warna KI diamati endapan yang terbentuk berwarna jingga maka positif mengandung merkuri. Uji Amalgam diamati batang tembaga akan dilapisi bercak abu-abu mengkilap, jika dipanaskan dengan api bebas yang nyala, warna abu-abu akan hilang maka positif mengandung merkuri. Jika terdapat sampel yang positif maka dilakukan analisis kuantitatif dengan metode *Mercury Analyze* dengan preparasi sampel, pembuatan kurva baku, dan perhitungan kadar total dengan menggunakan rumus.

#### H. Analisis Data

Rumus yang digunakan untuk menghitung Hg Total dalam penetapan kadar dengan metode *Mercury Analyze* adalah sebagai berikut:

$$Hg \text{ Total (ppb)} = \frac{(Hg \text{ Baca} - \text{Blanko}) \times \text{Volume Akhir} \times Fp}{\text{Berat sampel}}$$

Data yang diperoleh dari uji laboratorium diolah dan dideskripsikan dengan jelas.