

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

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

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimental yang dilakukan di laboratorium dengan pendekatan deskriptif. Pengambilan sampel dilakukan secara *purposive sampling* terhadap enam produk krim pemutih yang diperoleh melalui platform *e-commerce* Shopee. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengidentifikasi kandungan senyawa hidrokuinon yang penggunaannya dilarang oleh BPOM. Analisis dilakukan secara kualitatif dengan menggunakan dua metode, yaitu uji reaksi warna menggunakan larutan  $\text{FeCl}_3$  dan metode FTIR-ATR untuk mengidentifikasi keberadaan gugus fungsi khas hidrokuinon berdasarkan spektrum serapan inframerah yang dihasilkan oleh sampel.

#### **B. Lokasi dan Waktu Penelitian**

Lokasi penelitian ini dilakukan di Laboratorium Teknologi Farmasi Program Studi Farmasi (S-1) Fakultas Kesehatan Universitas Jenderal Achmad Yani Yogyakarta. Penelitian dilaksanakan mulai dari bulan Maret hingga Mei tahun 2025.

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

##### 1. Populasi

Populasi adalah sekumpulan objek atau subjek dengan jumlah dan karakteristik tertentu yang ditetapkan oleh peneliti sebagai sasaran untuk dipelajari dan diambil kesimpulannya (Sugiyono, 2016). Pada penelitian ini, populasi yang digunakan berupa krim pemutih yang tidak memiliki izin BPOM dan beredar di salah satu *e-commerce*.

##### 2. Sampel

Dalam penelitian ini didapat temuan krim pemutih ilegal yang dijual melalui media *e-commerce* sebanyak 25 merek yang berbeda-beda.

Berdasarkan perhitungan  $\sqrt{n} + 1$ , digunakan 6 sampel krim pemutih wajah ilegal dengan teknik pengambilan *purposive sampling* dimana sampel dipilih berdasarkan kriteria inklusi dan kriteria eksklusi. Kriteria inklusi adalah kriteria di mana subjek penelitian memenuhi syarat sebagai sampel yang representatif. Sebaliknya, kriteria eksklusi menunjukkan bahwa subjek penelitian tidak memenuhi persyaratan yang ditetapkan, sehingga tidak dapat dianggap sebagai sampel yang sesuai untuk penelitian (Rizal dkk., 2024). Kriteria inklusi dan eksklusi yang digunakan pada penelitian adalah sebagai berikut:

a. Kriteria inklusi

- 1) Krim pemutih wajah yang tidak memiliki izin edar resmi dari BPOM
- 2) Krim pemutih wajah dengan merek yang berbeda-beda
- 3) Krim pemutih wajah yang dijual di platform *e-commerce* Shopee
- 4) Krim pemutih wajah dengan penjualan di atas 1000 buah dengan penilaian produk di atas 4,6
- 5) Krim pemutih wajah dengan harga di bawah Rp100.000.

b. Kriteria eksklusi

- 1) Krim pemutih wajah yang diterima dalam kondisi rusak
- 2) Krim pemutih wajah yang melebihi tanggal kadaluarsa.

#### **D. Variabel Penelitian**

1. Variabel bebas

Variabel bebas pada penelitian ini adalah merek sampel dan jenis penjual pada platform Shopee meliputi toko distributor yang menjual krim pemutih.

2. Variabel terikat

Variabel terikat pada penelitian ini adalah keberadaan senyawa hidroquinon dalam sampel krim pemutih.

3. Variabel terkontrol

Variabel yang dikendalikan dalam penelitian ini mencakup legalitas sampel, bentuk sediaan, rentang harga, suhu penyimpanan, dan lokasi penelitian di Laboratorium Teknologi Farmasi Program Studi Farmasi (S-1) Fakultas Kesehatan Universitas Jenderal Achmad Yani Yogyakarta.

### E. Definisi Operasional

1. Analisis kualitatif reagen  $\text{FeCl}_3$  didasarkan pada perubahan warna sampel setelah penambahan larutan  $\text{FeCl}_3$ , di mana warna awal larutan kuning kecoklatan akan berubah menjadi hijau hingga kehitaman jika sampel positif mengandung hidrokuinon.
2. Analisis kualitatif dengan FTIR-ATR dilakukan untuk mengidentifikasi keberadaan senyawa hidrokuinon dalam sampel krim pemutih berdasarkan spektrum serapan inframerah yang khas.
3. Hasil analisis kualitatif metode FTIR-ATR ditunjukkan dengan nilai transmittan pada bilangan gelombang spesifik yang berkorelasi dengan gugus fungsi hidrokuinon.

### F. Alat dan Bahan

1. Alat

Alat yang digunakan untuk analisis kadar senyawa hidrokuinon pada krim pemutih meliputi mikropipet, pipet tetes, spatula, Spektrofotometer FTIR-ATR *Spirit Shimadzu*, timbangan analitik *Ohaus*, komputer dengan perangkat lunak *LabSolutions* dan *OMNIC*, alat gelas, dan sonikator.

2. Bahan

Bahan yang digunakan meliputi enam sampel krim pemutih wajah ilegal, standar hidrokuinon BPHI, aquadest,  $\text{FeCl}_3$ , etanol *p.a.*, *blue tip*, dan kertas saring Whatman No.1.

### G. Pelaksanaan Penelitian

1. Uji Organoleptik Sampel (Chakti dkk., 2019).

Uji organoleptik dilakukan sebagai tahap awal untuk mengamati karakteristik fisik sampel krim pemutih ilegal yang diperoleh dari media *e-commerce*. Parameter yang diamati meliputi warna, bau, dan tekstur sediaan. Pengamatan dilakukan secara visual dan penciuman tanpa menggunakan alat bantu, dengan tujuan untuk memperoleh informasi awal mengenai perbedaan

karakteristik antar sampel yang mungkin berkaitan dengan kandungan bahan aktif di dalamnya.

2. Uji Kualitatif Hidrokuinon dengan Larutan  $\text{FeCl}_3$  (Moffat dkk., 2011)

Uji kualitatif dilakukan dengan menyiapkan larutan  $\text{FeCl}_3$  5%, yang diperoleh dengan melarutkan 5 gram besi(III) klorida heksahidrat ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) ke dalam akuades hingga volume akhir mencapai 100 mL (Moffat dkk., 2011). Selanjutnya menimbang masing-masing sampel krim pemutih sebanyak 1 gram dilarutkan ke dalam etanol *p.a* 10 mL, disonikasi 10 menit dan disaring menggunakan kertas saring Whatman no.1. Diambil 2 mL larutan sampel ke dalam tabung reaksi dan ditetesi dengan  $\text{FeCl}_3$  5% sebanyak 5 tetes. Krim positif mengandung hidrokuinon bila warna krim berubah menjadi hijau hingga kehitaman (Yuliati & Widowati, 2023). Dilakukan pengulangan sebanyak tiga kali ulangan untuk menjamin konsistensi dan reabilitas hasil.

3. Uji Kualitatif Hidrokuinon dengan FTIR-ATR (Winingsih dkk., 2016, dengan modifikasi)

a. Pembuatan Larutan Standar Hidrokuinon

Dibuat stok hidrokuinon 1000 ppm dengan melarutkan 10 mg hidrokuinon dengan etanol *p.a* dalam labu takar hingga 10 mL. Diambil larutan stok sebanyak 0,1 ml untuk mendapatkan kadar 10 ppm dalam pelarut etanol 10 ml. Larutan standar selanjutnya diukur menggunakan FTIR-ATR untuk mengetahui transmittan yang dihasilkan.

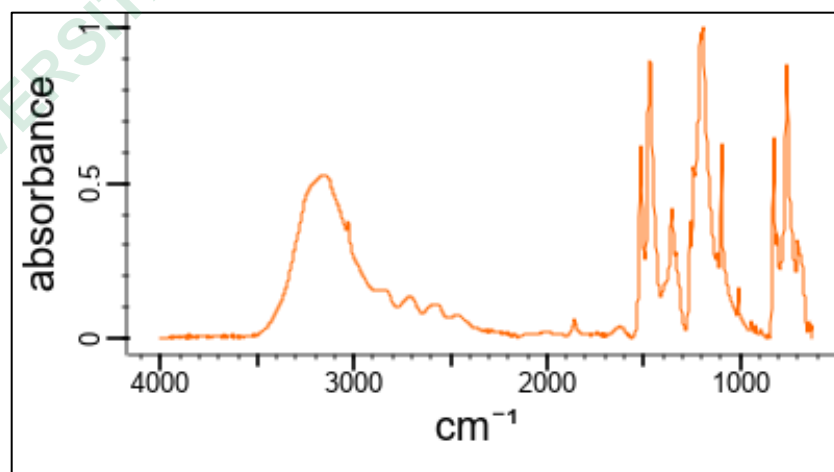
b. Preparasi Sampel Krim Pemutih

Sebanyak 1 gram krim pemutih ditimbang dan ditempatkan dalam gelas beker. Krim dilarutkan dengan etanol *p.a* sebanyak 5 mL dalam gelas beker dengan pengaduk kaca lalu dimasukkan ke dalam vial. Proses pelarutan dibantu dengan sonikasi selama 10 menit untuk meningkatkan kelarutan sampel, khususnya senyawa hidrokuinon. Larutan yang terbentuk kemudian disaring menggunakan kertas saring Whatman No. 1 untuk memisahkan bagian yang tidak larut. Filtrat dimasukkan ke dalam labu takar 10 mL dan dicukupkan dengan etanol *p.a* hingga batas atas. Dilakukan pengulangan

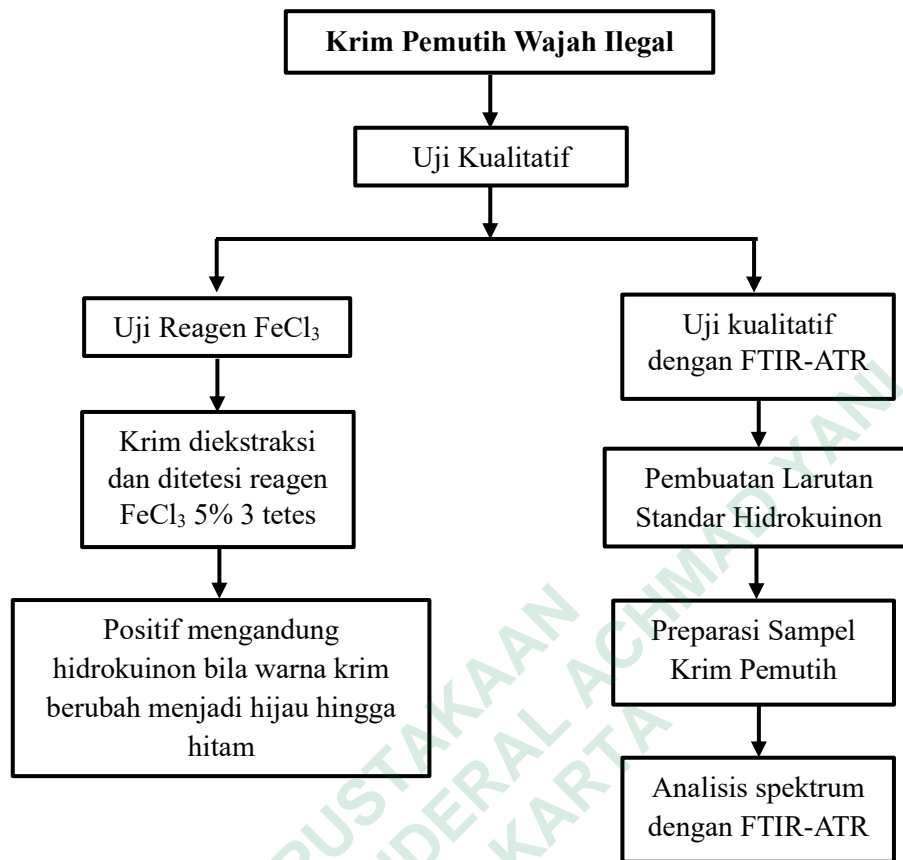
sebanyak tiga kali ulangan untuk menjamin konsistensi dan reabilitas hasil (Winingsih dkk., 2016, dengan modifikasi).

c. Analisis dengan FTIR-ATR

FTIR-ATR dikalibrasi terlebih dahulu, dan spektrum blanko direkam menggunakan etanol *p.a* sebagai pelarut murni. Setiap larutan standar hidrokuinon diukur pada bilangan gelombang karakteristik hidrokuinon. Spektrum sampel yang telah diekstraksi diukur, dan intensitas transmitan dicocokkan dengan kurva kalibrasi untuk menentukan kadar hidrokuinon. Analisis dilakukan dengan meneteskan larutan sampel pada kristal ATR dan spektra diukur antara  $4000\text{-}600\text{cm}^{-1}$  dengan *software LabSolutions*. Sampel ditekan dengan *pressure plate* untuk memastikan kontak sempurna antara larutan sampel dengan kristal ATR. Setelah setiap pengukuran selesai, pelat dibersihkan dua kali dengan etanol sampai tidak ada sampel yang tersisa dan kemudian dikeringkan dengan tisu (Saputri, 2023). Bilangan gelombang optimum dipilih untuk mendapatkan hasil yang presisi. Berdasarkan teori, Spektrum inframerah hidrokuinon menunjukkan puncak-puncak utama (*principal peaks*) pada bilangan gelombang 1514, 1466, 1353, 1258, 1243, 1205, 1190, 1096, 824, 756,  $700\text{ cm}^{-1}$  menggunakan FTIR-ATR (SpectraBase, 2025).



Gambar 4. Spektrum Hidrokuinon dengan FTIR-ATR



Gambar 5. Skema Penelitian

## H. Metode Pengolahan dan Analisis Data

### 1. Uji Kualitatif dengan $\text{FeCl}_3$

Hasil uji kualitatif dianalisis berdasarkan perubahan warna setelah penambahan larutan  $\text{FeCl}_3$  5% ke dalam larutan sampel krim. Jika terjadi perubahan warna menjadi hijau hingga kehitaman, maka sampel dinyatakan positif mengandung hidrokuinon (Yuliati & Widowati, 2023).

### 2. Uji Kualitatif dengan FTIR-ATR

Data yang diperoleh dari analisis spektroskopi FTIR berupa spektrum serapan inframerah dalam rentang bilangan gelombang  $4000\text{--}600\text{ cm}^{-1}$ . Analisis dilakukan dengan membandingkan pola spektrum masing-masing sampel krim pemutih terhadap spektrum baku pembanding hidrokuinon murni. Penilaian dilakukan berdasarkan kemunculan pita serapan (*peak*) pada bilangan gelombang tertentu yang merupakan ciri khas hidrokuinon seperti pada literatur.