

## BAB 3

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Rancangan Penelitian

Jenis penelitian ini adalah deskriptif yang bertujuan untuk mendeskripsikan dengan tepat tentang kandungan kadar logam berat jenis merkuri (Hg) pada bedak *whitening*.

#### 3.2 Populasi dan Sampel Penelitian

##### 3.2.1 Populasi Penelitian

Populasi dalam penelitian ini merupakan bedak *whitening* dijual di daerah Pengampon Surabaya yang berjumlah 22 merk. Data ini diperoleh berdasarkan observasi langsung.

##### 3.2.2 Sampel Penelitian

Sampel penelitian ini adalah total dari populasi bedak *whitening* yang dijual di daerah Pengampon Surabaya sejumlah 22 sampel.

#### 3.3 Variabel Penelitian

Variabel dalam penelitian ini adalah kandungan logam berat jenis Merkuri (Hg) yang terdapat dalam berbagai macam merk bedak *whitening*.

#### 3.4 Variabel Penelitian dan Devinsi Operasional Variabel

Kandungan Logam berat dalam penelitian ini adalah kandungan logam berat jenis Merkuri (Hg) yang terdapat dalam berbagai macam merk bedak *whitening*. Untuk merkuri memenuhi syarat apabila terdapat  $< 1$  ppm ( 1 mg/ kg) dalam bedak *whitening*, dan tidak memenuhi syarat

apabila terdapat merkuri  $> 1$  ppm (1 mg/kg) dalam bedak *whitening* sesuai berdasarkan peraturan BPOM RI NOMOR HK.03.123.07.11.6662 TAHUN 2011.

### **3.5 Pengumpulan Dan Pengolahan Data**

#### **3.5.1 Instrumen Penelitian**

Instrumen penelitian menggunakan alat *Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)* .

#### **3.5.2 Lokasi Dan Waktu Penelitian**

##### **3.5.2.1 Lokasi Penelitian**

Pengambilan sampel dilakukan di daerah Pengampon Surabaya sedangkan pemeriksaan dilakukan di Balai Besar Laboratorium Kesehatan yang terletak di Jalan Karang menjangan no 18 Kelurahan Airlangga Kecamatan Gubeng Kota Surabaya Jawa Timur.

##### **3.5.2.2 Waktu Penelitian**

Waktu penelitian dilakukan pada bulan Desember 2016 sampai bulan Juli 2017, sedangkan pemeriksaan dilaksanakan pada bulan Juni 2017.

#### **3.5.3 Prosedur Pemeriksaan**

##### **1. Prinsip Pemeriksaan**

Setelah melalui tahapan penghalusan dan penimbangan, sampel diasamkan kemudian di *dekstruksi* dalam *oil bath* hingga terjadi pemecahan sampel, logam Hg akan lepas dari sampel dan diikat oleh asam menjadi senyawa Hg. Selanjutnya senyawa dikisatkan atau

diapkan sehingga Hg ion yang terkandung didalamnya diubah menjadi atom bebas. Atom Hg akan mengabsorpsi radiasi cahaya yang dipancarkan dari lampu katoda atau *hallow cathode lamp* yang mengandung unsur yang ditentukan.

## 2. Alat, Bahan Dan Reagen Pemeriksaan

A. Alat yang digunakan dalam pemeriksaan ini adalah :

1. Botol semprot
2. Corong
3. Beaker glass
4. Labu ukur
5. Pipet ukur
6. Pipet volumetri
7. Pipet pasteur
8. Spektrofotometri Serapan Atom
9. Timbangan analitik
10. *Oil bath*
11. Pengaduk
12. Push ball
13. Rak tabung *Neissler*
14. Tabung *Neissler*
15. Cawan petri

B. Bahan pemeriksaan yang dilakukan :

Bahan yang digunakan adalah berbagai macam bedak *whitening* yang di jual di daerah Pengampon Surabaya.

### C. Reagen Pemeriksaan:

1. Larutan stock standart Merkuri (Hg) 1000 ppm
2. Larutan bebas Merkuri (Hg)/ Aquademinerasi
3. Larutan standart Merkuri (Hg) 100 ppm
4. Larutan HNO<sub>3</sub> Pekat
5. Larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> Pekat
6. Larutan perklorat pekat
7. Larutan reagen campur NHO<sub>3</sub> dan perklorat 5 : 3
  - a) Disiapkan wadah gelas bersih dan kering
  - b) Dipipet 50 ml larutan HNO<sub>3</sub> pekat
  - c) Dipipet 20 ml larutan perklorat pekat
  - d) Dicampur merata secara perlahan
  - e) Disimpan dalam botol coklat
  - f) Larutan reagen siap campur siap digunakan
8. Larutan standart spike / campuran Merkuri (Hg) 1 ppm
  - a) Disiapkan labu ukur 100 ml bersih dan kering
  - b) Dipipet 1 ml larutan standart Merkuri (Hg) 100 ppm
  - c) Dimasukan kedalam labu ukur
  - d) Ditambahkan aquades sampai 100 ml
  - e) Dicampur sampai merata
  - f) Larutan standart spike Merkuri (Hg) 1 ppm siap digunakan.

### 3. Prosedur Kerja

#### A. Proses penimbangan sampel

1. Disiapkan 10 tabung Neissler bersih dan kering
2. Diletakan tabung Neissler di atas timbangan dan nol kan
3. Dimasukan sampel  $\pm$  4-6 gr kedalam tabung Neissler kemudian ditimbang
4. Catat hasil penimbangan

#### B. Proses destruksi sampel

1. Ditambahkan larutan 2m H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat kedalam masing-masing tabung Neissler yang berisi sampel
2. Ditambahkan 5 ml reagen campuran 5 : 2 (HNO<sub>3</sub> pekat 5 ml + 2 ml peklorat pekat) kedalam masing-masing tabung
3. Diampur dengan cara mengkocok tabung secara perlahan sehingga sampel terendam
4. Kemudian diinkubasi sampel pada suhu kamar selama 24 jam
5. Setelah itu disiapkan oil bath sehingga mencapai temperatur 80 °C
6. Dibiarkan hingga larutan sampel menjadi jernih (dekstruksi sempurna). Selama dekstruksi berlangsung, diawasi larutan jangan sampai mengering. Jika selama dekstruksi larutan masih keruh maka kedalam larutan tersebut ditambahkan 2 ml reagen spike kemudian di dekstruksi kembali sampai larutan jernih.
7. Setelah dekstruksi sempurna, sampel dikeluarkan dari oil bath.
8. Didiamkan pada temperatur kamar hingga dingin.

### C. Proses persiapan sampel

1. Tambahkan 5 ml larutan standart spike 1 ppm kedalam masing-masing tabung yang berisi larutan sampel telah jernih dan dingin.
2. Kemudian tambahkan aquadest sampai 50 ml (tanda batas).
3. Campur hingga homogen dengan menggunakan vortex.
4. Diamkan pada temperatur kamar sampai larutan kembali jernih.
5. Larutan sampel siap dianalisa menggunakan Atomic Absorption Spectrophotometer (SSA) (BBLK, 2017).

### 3.6 Metode Analisa Data

Data yang diperoleh dalam penelitian ini ditabulasikan pada tabel sebagai berikut sesuai dengan kadar normal kandungan Merkuri (Hg) pada sediaan kosmetika adalah 1 mg/kg (ppm) ( Peraturan perundang-undangan bidang kosmetik, BPOM RI 2011) sebagai berikut :

**Tabel 3.1 Contoh Tabel Hasil Penelitian**

| NO | Kode Sampel | Kadar Hg mg/kg<br>(ppm) | Keterangan |           |
|----|-------------|-------------------------|------------|-----------|
|    |             |                         | MS/TMS     | (+) / (-) |
| 1  | A           |                         |            |           |
| 2  | B           |                         |            |           |
| 3  | C           |                         |            |           |
| 4  | D           |                         |            |           |
| 5  | E           |                         |            |           |
| 6  | F           |                         |            |           |
| 7  | G           |                         |            |           |

|           |   |       |                          |                      |
|-----------|---|-------|--------------------------|----------------------|
| 8         | H |       |                          |                      |
| 9         | I |       |                          |                      |
| 10        | J |       |                          |                      |
| 11        | K |       |                          |                      |
| 12        | L |       |                          |                      |
| 13        | M |       |                          |                      |
| 14        | N |       |                          |                      |
| 15        | O |       |                          |                      |
| 16        | P |       |                          |                      |
| 17        | Q |       |                          |                      |
| 18        | R |       |                          |                      |
| 19        | S |       |                          |                      |
| 20        | T |       |                          |                      |
| 21        | U |       |                          |                      |
| 22        | V |       |                          |                      |
| $\Sigma$  |   | 0,047 | MS = < 1<br>mg/kg (ppm)  | % memenuhi<br>syarat |
| $\bar{x}$ |   | 0,002 | TMS = > 1<br>mg/kg (ppm) |                      |

Keterangan :

MS = Memenuhi Syarat.

TMS = Tidak Memenuhi Syarat.