BAB III METODE PENELITIAN

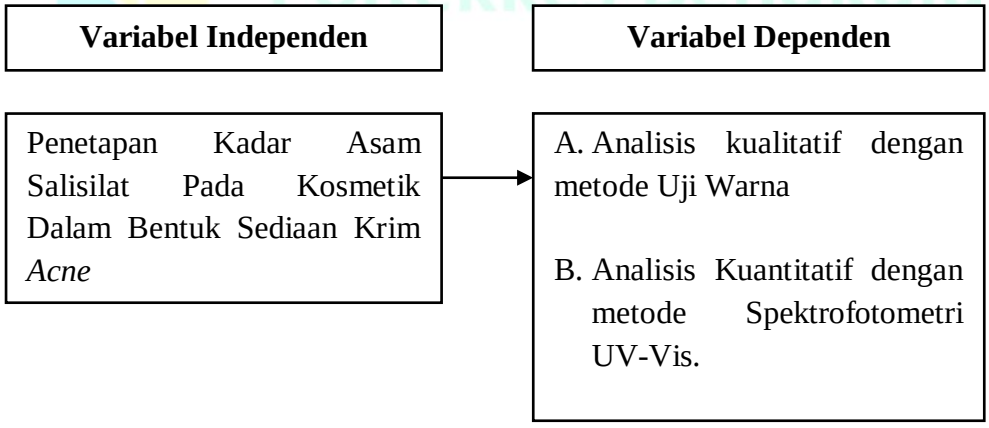
A. Jenis Penelitian

Pada penelitian ini peneliti menggunakan jenis penelitian eksperimental yang bertujuan untuk menentukan kadar asam salisilat yang terdapat pada kosmetik dalam bentuk sediaan krim *acne* yang beredar di Kota Bengkulu..

B. Variabel Penelitian

Variabel yang digunakan pada penelitian ini adalah Variabel Bebas (Independen) dan Variabel Terikat (Dependen), yang dimana variabel bebasnya adalah Penetapan Kadar Asam Salisilat Pada Kosmetik Dalam Bentuk Sediaan Krim *Acne* dan variabel terikatnya adalah Analisis Kualitatif dengan metode Uji Warna, serta Analisis Kuantitatif dengan metode Spektrofotometri UV-Vis.

C. Kerangka Konsep



Kemenkes Poltekkes Bengkulu

D. Definisi Operasional

Tabel 3.1 Definisi Operasional

Variabel	Definisi Operasional	Alat Ukur	Hasil Ukur	Skala Ukur
Independen				
Penetapan kadar asam salisilat pada kosmetika dalam bentuk sediaan krim *acne*	Kadar asam salisilat pada kosmetik dalam bentuk sediaan krim *acne.*	Labu ukur, pipet tetes, gelas ukur, dan timbangan analitik.	Kadar asam salisilat.	Rasio
Dependen				
Analisis kualitatif pada kosmetika dalam bentuk sediaan krim *acne*	Uji warna, yaitu pengujian senyawa menggunakan pereaksi tertentu dengan mengamati perubahan warna yang terjadi.	Indra penglihatan.	Perubahan Warna menjadi ungu.	Visual
Analisis kuantitatif pada kosmetika dalam bentuk sediaan krim *acne*	Spektrofotometri UV-Vis merupakan metode pengukuran kadar suatu zat dengan konsentrasi yang lebih kecil.	.Spektrofotometri UV-Vis	Absorbansi dan Konsentrasi kadar asam salisilat	Rasio

Kemenkes Poltekkes Bengkulu

E. Sampel Dan Teknik Sampling

Sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah kosmetik dalam bentuk sediaan krim *acne* dengan teknik pengambilan sampel yang digunakan adalah Teknik *purposive sampling*. Karakteristik inklusi dalam penelitian ini adalah kosmetik untuk perawatan kulit dalam bentuk sediaan krim *acne* yang BPOM dan non BPOM serta tidak mencantumkan kadar asam salisilat di dalam daftar komposisi, sedangkan karakteristik eksklusi dalam penelitian ini adalah kosmetik untuk perawatan kulit dalam bentuk sediaan krim *acne* yang mencantumkan kadar asam salisilat di dalam daftar komposisi.

F. Waktu Dan Tempat Penelitian

Penelitian ini telah dilakukan dari bulan April 2025 sampai bulan Juni 2025 di Laboratorium Terpadu Poltekkes Kemenkes Bengkulu.

G. Tahapan Pelaksanaan Penelitian

1. Tahap Pra Analitik

a. Tahap Pra Perizinan

Pra perizinan penelitian telah dilakukan secara mandiri oleh peneliti, dengan cara peneliti mendaftarkan diri secara online melalui website resmi Poltekkes Kemenkes Bengkulu. Setelah menginput data peneliti bisa langsung ke bagian Administrasi Akademik (ADAK) untuk mencetak surat pra perizinan. Setelah surat dicetak, surat pra perizinan dapat diambil kemudian dapat digunakan untuk pengurusan izin penelitian.

Kemenkes
Poltekkes Bengkulu

b. Persiapan Alat dan Bahan

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah labu ukur, pipet tetes, pipet ukur, bola hisap, cawan porselen, *beaker glass*, timbangan analitik, kaca arloji, spatel, sudip, batang pengaduk, kertas saring, erlenmeyer, gelas ukur, corong, Spektrofotometri Uv-Vis (*Spectro UV-18*) serta peralatan gelas volumetrik lainnya.

Bahan yang digunakan adalah ammonia (p.a), methanol (p.a), etil asetat (p.a), aquades, serbuk $FeCl_3$, HCL pekat 37%, asam salisilat (p.a) dan 10 sampel kosmetik dalam bentuk sediaan krim *acne* dengan merk yang berbeda.

2. Tahap Analitik

a. Pembuatan Larutan Uji Sampel

Ditimbang masing-masing 1 gram sampel kosmetik dalam bentuk sediaan krim *acne*, lalu dimasukkan ke dalam beaker glass 50 mL, dilarutkan dalam 5 mL methanol. Kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas.

b. Pembuatan Larutan Standar Asam Salisilat (400 ppm)

Sebanyak 100 mg asam salisilat (p.a) kedalam labu ukur 250 mL, lalu ditambahkan dengan 25 mL metanol, kemudian ditambahkan akuades sampai tanda batas.

c. Uji Kualitatif Dengan Metode Uji Warna dengan Pereaksi $FeCl_3$ (Wardana dkk, 2022).

Sampel uji yang sudah dilarutkan, diteteskan pada cawan, lalu ditambahkan dengan pereaksi $FeCl_3$. Reaksi positif mengandung asam salisilat akan ditunjukkan dengan hasil perubahan warna menjadi ungu atau ungu kecoklatan.

d. Uji Kuantitatif Dengan Metode Spektrofotometri UV-Vis (Wardana, *dkk*, 2022)

1) Pembuatan Larutan Stok (400 ppm)

Ditimbang 100 mg asam salisilat sebagai baku pembanding. Kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 250 mL, dilarutkan dengan 25 mL methanol lalu ditambahkan akuades sampai tanda batas.

Kemenkes Poltekkes Bengkulu

2) Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Dipipet 1 mL larutan stok lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, ditambahkan 1 mL $FeCl_3$ 1% dalam HCL 1%, kemudian ditambahkan akuades hingga tanda batas. Dipipet 1 mL metanol dimasukkan kedalam labu ukur 10 ml, ditambahkan 1 mL $FeCl_3$ 1% dalam HCL 1%, lalu ditambahkan akuades sampai tanda batas (untuk larutan blanko). tahap berikutnya larutan diukur absorbansinya dalam rentang panjang gelombang antara 400 nm sampai 600 nm.

3) Penentuan *Operating Time*

Dipipet 1 mL larutan stok lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, ditambahkan 1 mL $FeCl_3$ 1% dalam HCL 1%, kemudian ditambahkan akuades hingga tanda batas. Dipipet 1 mL metanol dimasukkan kedalam labu ukur 10 ml, ditambahkan 1 mL $FeCl_3$ 1% dalam HCL 1%, lalu ditambahkan akuades sampai tanda batas (untuk larutan blanko). Diukur absorbansinya dalam rentang waktu 1 hingga 20 menit (sampai didapatkan larutan stabil) dengan panjang gelombang maksimum yang telah ditetapkan.

4) Pembuatan Kurva Baku Larutan Asam Salisilat

Disiapkan 5 buah labu ukur 10 mL, dibuat seri larutan baku asam salisilat dengan variasi konsentrasi 8 ppm, 16 ppm, 24 ppm, 32 ppm, dan 40 ppm. Kemudian ditambahkan 1 mL $FeCl_3$ 1% dalam HCL 1%, lalu ditambahkan akuades sampai tanda batas. Tahap berikutnya diukur absorbansi masing-masing larutan

Kemenkes Poltekkes Bengkulu

tersebut dengan panjang gelombang maksimum dan *operating time* yang telah ditetapkan.

5) Penentuan Kadar Asam Salisilat Pada Sampel

Dilarutkan 1 gram sampel krim *acne* kedalam 5 mL methanol pada labu ukur 50 mL, kemudian ditambahkan akuades sampai tanda batas. Sebanyak 2 mL filtrat dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan 5 mL $FeCl_3$ 1% dalam HCL 1%, lalu ditambahkan akuades sampai tanda batas. Diukur absorbansi larutan tersebut dengan panjang gelombang maksimum dan *operating time* yang telah ditetapkan.

3. Tahap Pasca Analitik

Analisa data penelitian ini adalah menghitung kadar asam salisilat dengan menggunakan aplikasi Microsoft Excel yang diperoleh dari hasil persamaan regresi linear : y = a + bx pada metode Spektrofotometri UV-Vis, dimana y = absorbansi sampel dan x = konsentrasi atau kadar asam salisilat pada sampel.

a. Rumus Persamaan Kurva Kalibrasi :

$$\mathbf{y = a + bx}$$

Keterangan :

y = Absorbansi

x = Konsentrasi (ppm)

a = *Intersept* (Titik potong kurva pada sumbu y)

b = *Slope* (Kemiringan kurva)

Kemenkes Poltekkes Bengkulu

b. Rumus Kadar Sampel :

$$\textbf{Kadar Asam Salisilat} = \frac{\textbf{C} \times \textbf{V} \times \textbf{FP}}{\textbf{M}}$$

Keterangan :

C = Konsentrasi (ppm = mg/L)

V = Volume larutan sampel (L)

FP = Faktor pengenceran

M = Berat sampel yang ditimbang (mg)

Kemenkes
Poltekkes Bengkulu