

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Jenis dan Rancangan Penelitian

Penelitian ini jenis penelitian eksperimental untuk mengetahui keberadaan timbal (Pb) pada lipstik yang beredar di pasar Kota Gresik Kelurahan Kemuteran. Apabila mengandung timbal (Pb) maka dilakukan analisis kadar Pb pada lipstik yang tidak memiliki izin edar BPOM yang beredar di pasar Kota Gresik Kelurahan Kemuteran. Waktu penelitian dilaksanakan pada bulan Oktober 2023 sampai Juni 2024, sedangkan waktu pengambilan data dilaksanakan pada bulan Maret sampai April 2024. Lokasi penelitian deteksi timbal dilakukan di Laboratorium Kimia Farmasi Fakultas Kesehatan Universitas Muhammadiyah Gresik. Variabel yang digunakan adalah kandungan timbal dalam lipstik yang tidak memiliki izin edar BPOM.

3.2. Alat dan Bahan

3.2.1 Alat Penelitian

Lemari asam, timbangan analitik, labu ukur 25 mL dan 100 mL (Herma), pipet ukur 10 mL (Pyrex), gelas ukur 10 mL dan 5 mL (Herma), tabung reaksi, rak tabung reaksi, corong, hot plate, batang pengaduk, beaker glass 250 mL (Herma), pipet tetes, kertas saring dan botol kaca gelap 100 mL.

3.2.2 Bahan Penelitian

Serbuk ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$), HCl 37%, HNO_3 65%, NaOH 2N, KI 0,5N dan Aquadest.

3.3 Cara Penelitian

3.3.1 Prosedur Penelitian

a. Preparasi sampel

Sebelum melakukan uji kualitatif dilakukan proses preparasi sampel pada lipstik yang tidak memiliki izin edar BPOM dengan kode A, B dan C. Preparasi sampel menggunakan metode destruksi basah yaitu melalui penambahan larutan asam kuat campuran HNO_3 65% dan HCl 37%

dengan perbandingan 1:3. Ditimbang sampel sebanyak 1 gram, Lalu dimasukkan ke dalam beaker glass 50 mL untuk dilakukan destruksi. Ditambahkan HNO₃ 65% sebanyak 5 mL dan HCl 37% sebanyak 15 mL sambil dipanaskan diatas hot plate dengan suhu 100°C sampai mendidih. Proses ini sampai asap coklat hilang. Proses dihentikan sampai larutan berubah jernih. Setelah proses selesai larutan didiamkan dan setelah dingin larutan disaring menggunakan kertas saring. Setelah larutan disaring, dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan tambahkan aquadest sampai tanda batas lalu homogenkan (Yatimah, 2014).

b. Preparasi reagen / pereaksi :

Sebelum melakukan uji kualitatif dilakukan proses preparasi reagen yaitu larutan KI 0,5N dan NaOH 2N (Hasma dan Panaungi, 2023).

1. Larutan KI 0,5N

Pembuatan larutan KI 0,5N dilakukan dengan menghitung massa yang diperlukan untuk membuat 25 mL KI 0,5N. Setelah mendapatkan hasil maka dilakukan penimbangan Kalium Iodida sebanyak 2,1 gram. Kemudian Kalium Iodida yang sudah ditimbang dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL dan ditambahkan aquadest sampai tanda batas lalu dihomogenkan.

2. Larutan NaOH 2N

Pembuatan larutan NaOH 2N dilakukan dengan menghitung massa yang diperlukan untuk membuat 25 mL NaOH 2N. Setelah mendapatkan hasil maka dilakukan penimbangan Natrium Hidroksida sebanyak 2 gram. Kemudian Natrium Hidroksida yang sudah ditimbang dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL dan ditambahkan aquadest sampai tanda batas lalu dihomogenkan.

c. Pengujian secara kualitatif dengan pereaksi warna

Uji pereaksi warna dilakukan dengan penambahan larutan KI 0,5 N, NaOH 2N dan HCl 37% pada sampel yang telah dilakukan proses destruksi basah (Rahmadani, et al., 2021).

1. Pengujian KI 0,5N

Diambil 1 mL sampel, kemudian ditambahkan 2-3 tetes larutan KI 0,5N. Dinyatakan mengandung logam Pb apabila terjadi endapan kuning.

2. Pengujian NaOH 2N

Diambil 1 mL sampel, kemudian ditambahkan 2-3 tetes larutan NaOH 2N. Dinyatakan mengandung logam Pb apabila terjadi endapan putih.

3. Pengujian HCl 37%

Diambil 1 mL sampel, kemudian ditambahkan 2-3 tetes larutan HCl 37%. Dinyatakan mengandung logam Pb apabila terjadi endapan putih.

3.4 Analisis Hasil

Pada penelitian ini akan diperoleh data uji kualitatif pereaksi warna. Data tersebut disajikan dalam bentuk tabel.

3.4.1 Uji Kualitatif Pereaksi Warna

Uji pereaksi warna dilakukan dengan penambahan larutan KI 0,5N, NaOH 2N dan HCl 37% pada sampel A,B dan C.

Tabel 3.1 Gambar Hasil Identifikasi Timbal pada Lipstik yang Tidak Memiliki Izin Edar BPOM

Kode	Pereaksi Warna									
	HCl 37%			NaOH 2N			KI 0,5N			
	B	P1	P2	P3	P1	P2	P3	P1	P2	P3
A										
B										
C										

Keterangan :

P : Percobaan

B : Blanko

Bersifat Positif apabila :

- KI terjadi perubahan endapan kuning
- HCl terjadi perubahan endapan putih
- NaOH terjadi perubahan endapan putih

Tabel 3.2 Hasil Identifikasi Timbal pada Lipstik yang Tidak Memiliki Izin Edar BPOM

Kode	Pereaksi Warna								
	HCl 37%			NaOH 2N			KI 0,5N		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3
A									
B									
C									

Keterangan :

Positif (+) = Mengandung timbal

Negatif (-) = Tidak mengandung timbal)

