

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Jenis Penelitian

Jenis penelitian yang digunakan pada penelitian ini adalah deskriptif, yaitu membuat sensor kimia (rapid test) berbasis paper test untuk mendeteksi rhodamin B pada kosmetik lipstik dan pengujian dengan alat spektrofotometri UV-Vis.

3.2 Waktu dan Tempat Penelitian

3.2.1 Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Februari sampai April 2020 dimulai dari kegiatan persiapan, pelaksanaan penelitian, dan analisis data.

3.2.2 Tempat Penelitian

Penelitian akan dilaksanakan di Laboratorium padat cair dan ruang instrumen di Balai Besar Teknik Kesehatan Lingkungan dan Pengendalian Penyakit Surabaya. Adapun tempat yang digunakan untuk pengambilan sampel Lipstik adalah di pasar di Kota Malang.

3.3. Alat dan Bahan

3.3.1 Alat

1. Pembuatan dan pengujian sensor kimia (rapid test)

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah timbangan analitik, magnetik stirrer, stir bar magnetic stirrer, hot plate, pipet tetes, pipet ukur, pipet volume, bola hisap, gelas kimia, labu ukur, spatula, dan erlenmeyer.

2. Pengujian spektrofotometri UV-Vis

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah timbangan analitik, spektrofotometri UV-Vis, hot plate, pipet tetes, pipet ukur, pipet volume, bola hisap, gelas kimia, erlenmeyer, spatula, labu ukur, dan kuvet.

3.3.2 Bahan

1 Pembuatan sensor kimia

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah rhodamin B, $ZnCl_2$, KCNS, aquades, natrium silikat, kertas saring, HCl, metanol, dan sampel lipstik yang diduga mengandung rhodamin B.

2 Pengujian spektrofotometri UV VIS

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah rhodamin B, HCl, aquades, metanol, dan sampel lipstik yang diduga mengandung rhodamin B.

3.4 Populasi dan Sampling

3.4.1 Populasi Penelitian

Populasi pada penelitian ini adalah kosmetik lipstik yang dijual di pasar di kota Malang.

3.4.2 Sampel Penelitian

Sampel pada penelitian ini adalah sampel kosmetik lipstik 1, 2, dan 3 dengan spesifikasi sampel yaitu produk palsu, berwarna merah dan tidak memiliki no BPOM. Pemilihan sampel diambil secara purposive sampling di mana sampel yang diambil secara sengaja sesuai dengan pertimbangan dan kebutuhan penulis.

3.5. Variable Penelitian

Variabel dalam penelitian ini adalah kandungan rhodamin B pada lipstik.

3.6. Definisi Oprasional

Variable	Definisi oprasional	Cara ukur	Hasil ukur	Skala ukur
Kandungan rhodamin B pada kosmetik lipstik	Menunjukkan ada atau tidaknya kandungan rhodamin B pada kosmetik lipstik yang ditandai dengan perubahan warna	Uji kualitatif rhodamin B pada kosmetik lipstik dengan menggunakan sensor kimia test kit	Apabila menunjukkan hasil positif mengandung rhodamin B maka ditandai dengan terjadinya perubahan warna menjadi ungu dan apabila negatif mengandung rhodamin B maka tidak terjadi perubahan warna	Ordinal
Kadar rhodamin B pada kosmetik lipstik dengan aplikasi image J	Pegukuran kadar rhodamin B pada kosmetik lipstik dari pegujian sensor kimia kemudian diuji dengan aplikasi yang digunakan untuk pengukuran RGB	Setelah pengujian dengan sensor kimia test kit dilakukan pengujian rhodamin B dengan menggunakan aplikasi image J	Penentuan kadar rhodamin B dinyatakan dalam konsentrasi ppm	Rasio
Kadar rhodamin B pada kosmetik lipstik dengan spektrofotometri UV-Vis	Pegukuran kadar rhodamin B pada kosmetik lipstik dengan menggunakan spektrofotometri UV-Vis yang dinyatakan dalam ppm	Uji kuantitatif rhodamin B dengan menggunakan alat spektrofotometri UV-Vis	Penentuan kadar rhodamin B dinyatakan dalam konsentrasi ppm	Rasio

3.7. Metode Penelitian

1) Pengambilan sampel

Pengambilan sampel dilakukan di pasar tradisional di Kota Malang. Sampel yang di ambil adalah kosmetik lipstik. Selanjutnya sampel di uji kandungan rhodamin B di Laboratorium menggunakan metode sensor kimia test kit dan spektrofotometri UV-Vis.

2) Pembuatan larutan

- a. Pembuatan larutan baku rhodamin B 1000 ppm (Indra, 2012)

Ditimbang rhodamin B sebanyak 0,1 gram lalu dilarutkan dalam gelas kimia 100 ml. Kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Selanjutnya homogenkan.

- b. Pembuatan larutan intermediet rhodamin B 100 ppm (Indra, 2012)

Dipipet 10 ml larutan baku rhodamin B 1000 ppm dengan menggunakan pipet volume. Kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100 ml dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Selanjutnya homogenkan.

- c. Pembuatan larutan rhodamin B 0,2 ppm sampai 5 ppm (modifikasi penelitian Indra, 2012)

Disiapkan 8 labu ukur 50 ml masing-masing diisi di tambahkan 1, 2, 4, 5, 10, 15, 20, 25 ml larutan standar rhodamin B 10 ppm dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas sehingga diperoleh larutan rhodamin B dengan konsentrasi 0,2; 0,4; 0,8; 1; 2; 3; 4; dan 5 ppm. Selanjutnya homogenkan.

- d. Pembuatan larutan rhodamin B 10 ppm

Dipipet 10 ml larutan standar rhodamin B 100 ppm dengan menggunakan pipet volume. Kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100 ml dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Selanjutnya homogenkan.

e. Pembuatan larutan rhodamin B 20 ppm

Dipipet 10 ml larutan standar rhodamin B 100 ppm dengan menggunakan pipet volume. Kemudian dimasukkan dalam labu ukur 50 ml dan diencerkan dengan aquades sampai tanda batas. Selanjutnya homogenkan.

f. Pembuatan larutan $ZnCl_2$ 2M (Indra, 2012)

Ditimbang 27,2 gram $ZnCl_2$ lalu dilarutkan dengan aquades dalam beaker glass 100 ml. Kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml, di tambahkan aquades sampai tanda batas dan dikocok sampai homogen.

g. Pembuatan larutan KCNS 2 M (Indra, 2012)

Ditimbang 19,4 gram KCNS lalu dilarutkan dengan aquades dalam beaker glass 100 ml. Kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, di tambahkan aquades sampai tanda batas dan dikocok sampai homogen.

h. Pembuatan larutan sampel lipstik (modifikasi penelitian Arfina, 2012)

Ditimbang sebanyak 0,5 gram sampel lipstik lalu tambahkan 4 tetes larutan HCl dan dilarutkan dengan 10 ml metanol dan 10 ml aquades. lalu dipanaskan hingga larut. Kemudian pisahkan endapan dan filtrat dengan menyaring dengan kertas saring. Filtrat yang diperoleh diambil dan ditanda bataskan ke labu ukur 50 ml dengan aquades, lalu sampel di ujikan.

3) Pembuatan sensor kimia dan pengujian

a. Pembuatan sensor kimia dalam bentuk paper kit dengan metode sol gel (modifikasi penelitian Indra, 2012)

Memipet sebanyak 30 ml larutan $ZnCl_2$ 2 M dan 60 ml larutan KCNS 2 M masukkan ke gelas kimia 250 ml lalu tambahkan 3 ml aquades, 6 ml natrium silikat dan 6 ml HCl. Komposisi campuran ini distirer hingga homogen membentuk larutan yang agak kental (sol) kemudian dicetak pada kertas whatman dan diamkan selama 24 jam.

b. Pengujian sensor kimia dengan larutan rhodamin B (modifikasi penelitian Indra, 2012)

Sensor kimia bentuk stik yang telah dibuat ditetaskan dengan larutan blanko (aquades) dan larutan standar rhodamin B 0,2; 0,4; 0,8; 1; 2; 3; 4; 5; 10 dan 20 ppm. Warna yang terbentuk difoto. Langkah berikutnya dilakukan penentuan nilai Mean Red menggunakan aplikasi Image J dengan mengukur intensitas warna pada masing-masing strip tes.

c. Penentuan panjang gelombang maksimum

Panjang gelombang maksimum diukur pada daerah visible 400–600 nm menggunakan spektrofotometri UV–Vis diuji menggunakan larutan rhodamin B konsentrasi 10 ppm dan larutan blanko. larutan blanko yang digunakan adalah aquades. panjang gelombang yang menghasilkan nilai absorbansi maksimum.

d. Pengujian metode spektrofotometri UV-Vis dengan larutan rhodamin B (modifikasi penelitian Indra, 2012).

Mengukur absorbansi larutan blanko (aquades) dan larutan standar rhodamin B 0,2; 0,4; 0,8; 1; 2; 3; 4; 5; 10 dan 20 ppm dengan menggunakan panjang gelombang 523,9 nm.

e. Pengujian Linieritas (Izzati, 2018)

Penentuan Linieritas didasarkan dari data pengujian sensor kimia dengan larutan rhodamin B dan ditentukan nilai linieritas dilakukan dengan dengan aplikasi SPSS.

f. Pengujian LOD (Izzati, 2018)

Limit deteksi (LOD) menyatakan besarnya kadar analit yang terkecil dalam sampel yang masih dapat diukur atau dideteksi dengan baik. Penentuan LOD didasarkan dari data pengujian sensor kimia dengan larutan rhodamin B dan ditentukan nilai LOD dengan aplikasi Exel.

g. Pengujian presisi (modifikasi dari Riyanto, 2014)

Pengukuran larutan rhodamin B 10 ppm sebanyak 6 replikasi ke sensor kimia test kit dengan cara meneteskan larutan ke sensor kimia lalu di foto dan mengukur nilai mean red di aplikasi image j.

h. Pengujian akurasi (modifikasi penelitian Indra, 2012).

Menimbang 0,5 gr sampel lalu tambahkan 4 tetes larutan HCl, larutkan dalam 10 ml aquades dan 10 ml metanol kemudian dipanaskan ke hot plate. Kemudian saring dengan menggunakan kertas saring untuk diambil filtratnya.

Kemudian masukkan ke labu ukur 50 ml dan tambahkan 10 ml larutan rhodamin 10 ppm lalu tanda bataskan dengan aquades hingga tanda batas. Kemudian diuji ke sensor test kit dan uji spektrofotometri. Untuk uji sensor test kit meneteskan larutan tersebut ke sensor test kit (rapid test) lalu difoto dan mengukur nilai mean red di aplikasi image j dan untuk uji spektrofotometri UV-Vis larutan tersebut diujikan dengan menggunakan panjang gelombang 523,9 nm.

i. Uji lipstik dengan sensor kimia (rapid test) (Indra,2012)

Meneteskan larutan sampel yang sudah dipreparasi ke sensor kimia (rapid test) kemudian difoto dan mengukur nilai mean red menggunakan aplikasi image J. Pengukuran nilai mean red digunakan untuk menghitung konsentrasi rhodamin B pada sampel.

4) Uji spektrofotometri uv vis

Sampel yang sudah dipreparasi di ujikan menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 523,9 nm.

3.8. Metode Analisis

Pada penelitian ini bersifat deskriptif yaitu membuat sensor kimia berbasis paper test untuk mendeteksi kandungan rhodamin B pada kosmetik lipstik lalu dilanjutkan dengan pengujian menggunakan alat spektrofotometri UV Vis yang bertujuan untuk menentukan kadar rhodamin B yang terkandung pada kosmetik lipstik. Sampel untuk penelitian ini diambil di pasar di malang. Sampel yang akan diuji pada penelitian ini sebanyak 3 dengan 2 kali replikasi. Kemudian sampel dipreparasi dan diuji menggunakan sensor kimia berbasis paper test kit yang sudah divalidasi dengan metode lineritas, LOD, presisi, dan akurasi. Sensor kimia bentuk paper test kit dapat digunakan untuk analisis suatu analit secara kualitatif maupun semi kuantitatif. Untuk analisis secara kualitatif berdasarkan perubahan warna kertas pada stik saat dicelupkan pada sampel. Sedangkan untuk analisis secara semi kuantitatif berdasarkan perbandingan warna kertas pada stik dengan deret warna sensor yang dibuat.

Setelah mendapatkan sampel yang positif mengandung rhodamin B dari pengujian sensor test kit pengujian dilanjutkan dengan menentukan kadar konsentrasi rhodamin B menggunakan alat spektrofotometri UV-Vis

3.9 Pengolahan, Penyajian, dan Analisis Data

Pada penelitian ini dilakukan pengujian kandungan rhodamin B pada lipstik dengan menggunakan sensor kimia (rapid test) yang sudah divalidasi, kemudian dilanjutkan dengan menggunakan alat spektrofotometri UV-Vis. Data hasil uji sampel menggunakan sensor test kit disajikan dalam bentuk tabel.

Pada uji sampel menggunakan sensor test kit data disajikan dalam bentuk tabel sebagai berikut:

No.	Sampel	Mean red	Absorbansi	Konsentrasi	Hasil
1	KODE 1				
	Rata rata				
2	KODE 2				
	Rata rata				
3	KODE 3				
	Rata rata				

Untuk penentuan nilai konsentrasi menggunakan metode pencitraan digital menggunakan aplikasi image j. Masing-masing nilai Intensitas mean red yang di peroleh pada Image j dikonversikan menjadi absorbansi dengan menggunakan rumus persamaan Lambeer-Beert. Untuk penentuan nilai absorbansi menggunakan rumus sebagai berikut:

$$A = \log \left(\frac{I_0}{I} \right)$$

Dimana:

I : Intensitas warna (mean red)

I_0 : Intensitas warna blanko

Nilai absorbansi yang didapat dihitung konsentrasinya dengan satuan ppm menggunakan kurva regresi yang didapatkan dari pengukuran larutan standart. Untuk penentuan nilai konsentrasi menggunakan rumus sebagai berikut ini:

$$y = ax + b$$

Dimana:

b : intersep yang menunjukkan kepekaan analisis

a : nilai slope

x : kadar (ppm)

y : absorbansi sampel

Pada uji sampel menggunakan uji spektrofotometri UV-Vis data disajikan dalam bentuk tabel sebagai berikut:

No.	Sampel	Absorbansi	konsentrasi	Hasil
1	KODE 1			
	Rata rata			
2	KODE 2			
	Rata rata			
3	KODE 3			
	Rata rata			

Penentuan validasi linieritas dilakukan secara elektronik dengan menggunakan aplikasi SPSS.

Penentuan validasi LOD penelitian dilakukan secara elektronik dengan menggunakan aplikasi microsoft excel.

Penentuan validasi presisi dengan rumus berikut ini:

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n - 1}} \quad RSD = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100\%$$

Dimana:

SD : Standar Deviasi

RSD : Simpangan Baku Relative

\bar{x} : Kadar rata-rata

n : Jumlah pengulangan analisis

Untuk uji validasi presisi data disajikan dalam bentuk tabel sebagai berikut :

No.	Presisi	Mean red	Absorbansi	Konsentrasi (ppm)	Gambar
1	Presisi 1				
2	Presisi 2				
3	Presisi 3				
4	Presisi 4				
5	Presisi 5				
6	Presisi 6				
Rata rata					
SD					
RSD					

Penentuan validasi akurasi dengan rumus berikut ini:

$$akurasi = \frac{konsentrasi\ hasil\ percobaan}{konsentrasi\ teoritis} \times 100 \%$$

Tabel validasi akurasi data disajikan dalam bentuk tabel sebagai berikut :

Tabel uji spektrofotometri uv vis

No.	Akurasi	absorbansi	Konsentrasi	% recovery
1.				
2.				
Rata rata				

Tabel uji sensor kimia (rapid test)

No.	Akurasi	Mean red	Absorbansi	Konsentrasi	% recovery	gambar
1.						
2.						
Rata rata						