

## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### A. Jenis Penelitian

Jenis penelitian ini menggunakan penelitian deskriptif yaitu secara observasional. Peneliti menentukan kadar rhodamin B pada sampel *lipcream* yang berwarna merah secara pencitraan digital.

#### B. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan pada bulan Maret 2022 di Laboratorium Kimia Politeknik Kesehatan Kemenkes Malang yang berlokasi di Jalan Besar Ijen No 77C, Oro-oro Dowo, Kecamatan Klojen Kota Malang Jawa Timur.

#### C. Alat dan Bahan

##### 1. Alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian adalah kaca arloji, batang pengaduk, spatula, gelas beaker (Pyrex), labu ukur (Pyrex), neraca analitik (OHAUS Pioneer), pipet tetes (Onemed), pipet ukur (Pyrex), bola hisap (VitLab), corong gelas (Pyrex), botol semprot, botol gelap, Magnetic Hotplate (stirrer NESCO MS H 280 pro), mini box, kamera *smarthphone* Xiaomi Redmi 6A, dan laptop dengan aplikasi *Image J*.

##### 2. Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian adalah rhodamin B,  $ZnCl_2$  (Merck), KSCN, aquades, asam asetat 98% (Analisis Merck) dan baku rhodamin B. Bahan yang digunakan berderajat pro analisis dan Merck. Sampel yang digunakan adalah sampel *lipcream* yang diduga mengandung rhodamin B.

#### D. Populasi dan Sampling

##### 1. Populasi Penelitian

Populasi pada penelitian adalah kosmetik *lipcream* berwarna merah yang dijual di Pasar Kecamatan Kraksaan kabupaten Probolinggo. Sering ditemukan *lipcream* berwarna merah yang dicurigai mengandung rhodamin B.

##### 2. Sampel Penelitian

Sampel pada penelitian ini adalah sampel kosmetik *lipcream* 1, 2, 3, dan 4 dengan sampel yang berwarna merah, 2 sampel yang tidak memiliki no BPOM dan 2 sampel memiliki no BPOM. Metode sampel pada penelitian ini menggunakan

*purposive sampling* dimana sampel yang diambil berdasarkan ciri-ciri yang telah ditetapkan dengan pertimbangan dan kebutuhan peneliti.

### E. Variabel Penelitian

Variabel dalam penelitian ini adalah variabel bebas dan variabel terikat. Variabel bebas adalah variabel yang dianggap menentukan variabel terikat, dalam penelitian ini adalah sampel lipcream. Sedangkan variabel terikat adalah variabel yang berubah karena variabel bebas, dalam penelitian ini adalah konsentrasi rhodamin B pada *lipcream*.

### F. Definisi Operasional Variabel

Definisi operasional adalah uraian tentang Batasan variabel yang diteliti, atau tentang apa yang diukur oleh variabel yang bersangkutan (Notoatmojo, 2012). Definisi operasional dapat dilihat pada tabel 3.1.

**Tabel 3.1 Definisi Operasional**

Variabel	Definisi Operasional	Cara Ukur	Hasil Ukur	Skala Ukur
Kadar Rhodamin B diuji menggunakan reagen Zn(CNS) <sub>2</sub>	Penentuan kadar rhodamin B pada <i>lipcream</i> dilakukan dengan menggunakan reagen Zn(CNS) <sub>2</sub> .	Dengan uji kualitatif kadar rhodamin B dengan menggunakan reagen Zn(CNS) <sub>2</sub> .	Apabila menunjukkan hasil (+) mengandung rhodamin B maka terjadi perubahan warna menjadi ungu dan apabila (-) mengandung rhodamin B maka tidak terjadi perubahan warna.	Ordinal
Kadar Rhodamin B diuji secara Pencitraan Digital	Penentuan kadar rhodamin B pada <i>lipcream</i> diuji dengan aplikasi yang digunakan	Dengan uji kuantitatif kadar rhodamin B secara pencitraan	Penentuan kadar rhodamin B dinyatakan dalam konsentrasi ppm.	Rasio

	untuk pengukuran RGB.	digital dengan mengkonversi nilai intensitas warna menjadi absorbansi, didapatkan kadar rhodamin B.		
--	-----------------------	---	--	--

## G. Metode Penelitian

### 1. Pembuatan Larutan Induk Standar Rhodamin B 1000 ppm

Ditimbang padatan rhodamin B sebanyak 0,5000 gram pada gelas arloji dengan menggunakan neraca analitik. Kemudian dimasukkan pada labu ukur 500 ml lalu dilarutkan dan ditanda bataskan dengan akuades (Prabowo, 2012).

### 2. Pembuatan Larutan Kerja Rhodamin B 100 ppm

Dipipet larutan induk standar rhodamin B 1000 ppm sebanyak 10 ml. Kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas lalu dikocok hingga homogen (Prabowo, 2012).

### 3. Pembuatan Larutan Kerja $ZnCl_2$ 2M

Padatan  $ZnCl_2$  sebanyak 27,2557 g ditimbang lalu dilarutkan dengan akuades dalam beaker glass 100 ml, kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 100 ml, diencerkan dengan akuades sampai tanda batas dan kocok sampai homogen (Prabowo, 2012).

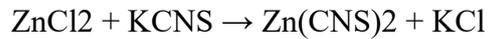
### 4. Pembuatan Larutan Kerja KCNS 2M

Serbuk KCNS sebanyak 97,1851 gram ditimbang, dilarutkan dengan akuades dalam gelas beaker 100 ml. Kemudian larutan dimasukkan dalam labu ukur 100 ml, diencerkan dengan akudes sampai tanda batas dan kocok sampai homogen (Prabowo, 2012).

### 5. Pembuatan Reagen Zn-tiosianat

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Indra Eko Prabowo (2012), yang dimana reagen Zn-tiosianat kondisi optimumnya didapatkan dari pencampuran larutan  $ZnCl_2$  2M sebanyak 1 ml dan KCNS 2M sebanyak 2 ml pada labu ukur 100 ml kemudian tanda bataskan dengan aquades dan

dihomogenkan. Pada penentuan kondisi optimum dari reagen Zn-tiosianat didapatkan berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Indra Eko Prabowo (2012), dimana reagen dengan kondisi optimum yang didapatkan dari pencampuran larutan  $ZnCl_2$  2M dan larutan KCNS 2M. Reaksi yang dihasilkan sebagai berikut :



Dari hasil reaksi tersebut dihasilkan senyawa dari pereaksian senyawa  $ZnCl_2$  dan KCNS digunakan sebagai reagen yang dikomplekskan dengan pewarna tekstil Rhodamin B yaitu senyawa  $Zn(CNS)_2$ . Jika rhodamin B direaksikan dengan Zn-tiosianat  $Zn(CNS)_2$  akan mengalami perubahan warna yaitu larutan berwarna merah menjadi berwarna ungu. Perubahan warna disebabkan dari terbentuknya senyawa kompleks Zn-tiosianat-rhodamin B ((RB) $2Zn(CNS)_4$ ).

## 6. Pembuatan Mini Box

Minibox adalah tempat untuk pengambilan gambar sampel yang dirancang khusus untuk analisis secara citra digital. Minibox dibuat dan disesuaikan dengan kamera yang akan digunakan. Minibox terdiri dari beberapa bagian yaitu bentuk kubus dengan ukuran 14 cm x 14 cm x 14 cm, lalu ditutup setiap sisinya supaya cahaya dari luar tidak akan mengganggu pada proses pengambilan gambar tempat sampel dan juga tempat kamera sejauh 10 cm.

## 7. Uji Linieritas

Pembuatan Deret Intensitas Warna Kompleks Zn-tiosianat-Rhodamin B dalam bentuk larutan

Disiapkan sebanyak 8 labu ukur 10 ml yang masing- masing telah diisi dengan larutan  $Zn(CNS)_2$  kemudian ditambahkan larutan kerja rhodamin B dengan konsentrasi 1, 2, 3, 4, 5, 6, 10, 14 ppm dan dibuat dengan menambahkan larutan rhodamin B 100 ppm sebanyak 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 1,0; 1,4 mL. Masing-masing labu ukur diencerkan dengan ditambahkan aquades hingga tanda batas dan homogenkan. Kemudian masing-masing larutan dimasukkan ke dalam gelas beaker diletakkan dalam minibox dan diukur absorbansinya menggunakan pencitraan digital. Kemudian diamati perubahan warna yang terjadi pada masing-masing larutan dan dokumentasikan dengan menggunakan smartphone. Hasil berupa gambar digital dianalisis menggunakan program *ImageJ* dan dihasilkan data

intensitas cahaya komponen warna RGB pada masing-masing larutan. Data intensitas dikonversi menjadi absorbansi dengan menggunakan persamaan *Lambert-Beer* :

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

dimana :

I = intensitas cahaya warna aktual sampel hasil pencitraan (Intensitas cahaya komponen warna RGB) dan

I<sub>0</sub> = intensitas cahaya warna larutan blanko (Rusmawan dkk, 2011)

Kemudian dibuat kurva baku dari konsentrasi dan absorbansi larutan baku RGB, lalu dilihat koefisien determinan (R) yang mendekati 1. Dengan persamaan  $y = bx + a$ .

## 8. Penentuan Nilai Akurasi

Penentuan nilai akurasi dapat dilakukan menggunakan metode penambahan baku (*standard addition method*). Metode penambahan baku dapat dilakukan dengan menambahkan sejumlah analit dengan konsentrasi tertentu pada sampel yang diperiksa, kemudian dianalisis dengan metode penambahan baku (*standard addition method*). Persen yang diperoleh ditentukan dengan menentukan berapa persen analit yang ditambahkan dapat ditemukan. Kadar analit dalam metode penambahan baku dapat ditentukan dengan persamaan sebagai berikut :

$$\% \text{ Recovery} = \frac{C_a}{C_b} \times 100\%$$

Keterangan :

C<sub>a</sub> = konsentrasi hasil percobaan

C<sub>b</sub> = konsentrasi teoritis (Harmita, 2004)

## 9. Penentuan Nilai Presisi

Presisi dapat dibagi dalam dua kategori yaitu keterulangan (*repeatability*) dan ketertiruan (*reproducibility*). *Repeatability* adalah nilai presisi yang diperoleh jika seluruh pengukuran dihasilkan oleh satu orang analis dalam satu periode tertentu, menggunakan contoh yang sama, pereaksi dan peralatan yang sama dalam laboratorium yang sama. Reapitabilitas diukur

dengan menghitung *Relative Standard Deviation* atau simpangan baku relatif (RSD) dari beberapa ulangan contoh yang dilakukan. Perhitungan (RSD) contoh adalah sebagai berikut :

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x - \bar{x})^2}{n - 1}}$$
$$(RSD)_{\text{contoh}} = \frac{(SD)}{\bar{X}_r} \times 100\%$$

Dimana :

SD = *Standard Deviasi* konsentrasi contoh yang dihasilkan dari ulangan pengujian (minimal 7 pengulangan)

RSD = Simpangan Baku Relative

$\bar{X}_r$  = Rata-rata konsentrasi ulangan pengujian

n = jumlah pengulangan analisis (Utami, 2017)

#### 10. Pengukuran Sampel menggunakan Pencitraan Digital

Ditimbang sampel lipcream sebanyak 2 gram menggunakan neraca analitik, kemudian dimasukkan ke dalam gelas beaker 100 ml, ditambahkan asam asetat sebanyak 2 ml dan 30 ml akuades. Kemudian dipanaskan pada suhu sedang dan dilakukan pengadukan hingga larut sempurna. Kemudian dipindahkan kedalam labu ukur 100 ml, ditambahkan larutan Zn-tiosianat. Pada penentuan tersebut dilakukan secara kualitatif karena adanya rhodamin B pada sampel yang telah diuji dan ditandai dengan terjadi perubahan warna yang terjadi pada masing-masing larutan. Kemudian larutan dimasukkan kedalam gelas beaker diletakkan dalam minibox dan dilakukan dokumentasi menggunakan smartphone. Dari hasil berupa gambar digital kemudian dianalisis menggunakan program *ImageJ* dan dihasilkan data intensitas cahaya komponen warna RGB pada masing-masing larutan. Data intensitas dikonversi menjadi absorbansi dengan menggunakan persamaan *Lambert – Beer* :

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

dimana :

I = intensitas cahaya warna aktual sampel hasil pencitraan (Intensitas cahaya komponen warna RGB) dan

$I_0$  = intensitas cahaya warna larutan blanko (Rusmawan dkk, 2011).

Kemudian untuk menghitung kadar rhodamin B dalam sampel dihitung menggunakan kurva kalibrasi dengan rumus persamaan regresi :  $y = bx \pm a$  (Yamlean,2011).

### H. Pengolahan Penyajian dan Analisis Data

Pada penelitian ini dilakukan pengujian kandungan rhodamin B pada *lipcream* secara pencitraan digital, kemudian dilakukan validasi metode untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan. Data yang diperoleh dalam penelitian adalah intensitas komponen warna *RGB (Red, Green, dan Blue)* kemudian didapatkan nilai absorbansi dari masing-masing larutan menggunakan persamaan *Lambert-Beer* :

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

Dimana :

I = intensitas cahaya warna aktual sampel hasil pencitraan (Intensitas cahaya komponen warna RGB)

I<sub>0</sub> = intensitas cahaya warna larutan blanko

Kemudian konsentrasi (ppm) didapatkan dari persamaan linier  $y = 0.0184x + 0.0103$  dengan nilai y adalah absorbansi dari larutan uji diolah dan disajikan dalam bentuk tabel.

No.	Kode sampel	Intensitas komponen warna RGB	Absorbansi Larutan	Konsentrasi Rhodamin B (ppm)