

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **A. Jenis Penelitian**

Penelitian ini termasuk dalam jenis penelitian observasi deskriptif. Penelitian deskriptif merupakan penelitian dengan metode untuk menggambarkan atau mendeskripsikan suatu hasil penelitian (Ramdhan, 2021). Dalam hal ini metode yang digunakan berupa observasi atau pengamatan. Penelitian yang dilakukan dengan mengobservasi sampel *lip matte* yang dicurigai mengandung rhodamin B yang beredar di kecamatan Kandat, kabupaten Kediri secara kualitatif menggunakan kromatografi lapis tipis (KLT).

#### **B. Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Poltekkes Kemenkes Malang, pada bulan Maret 2023.

#### **C. Bahan dan Alat**

Bahan yang digunakan dalam praktikum ini adalah rhodamin B, sampel *lip matte* kode A; B; C; D; E; F; G; dan H, N,N-dimetilformamida/ DMF (Loba Chemie), asam ortofosfat (Millipore), n-heksan (Smart-Lab), etil asetat (Smart-Lab), n-butanol (Smart-Lab), amonia 25 % (Smart-Lab), kertas saring penyaring membran porositas 0,45  $\mu\text{m}$  (Allpure), dan Silika gel 60 F<sub>254</sub> (Merck).

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah timbangan analitik (Ohaus), spatula, gelas beaker 50 ml (Iwaki), gelas beker 200 ml (Iwaki), gelas beker 600 ml (Iwaki), batang pengaduk, corong pisah 50 ml (Iwaki), pipet ukur 5 ml (Iwaki), bola hisap, pipet tetes, gelas ukur 25 ml (Iwaki), gelas ukur 10 ml (Western Germany), spuit 3ml (Onemed), , botol vial, klem dan statif, pipa kapiler, aluminium foil, dan lampu UV 254 nm.

#### **D. Populasi dan Sampel**

##### **1. Populasi**

Populasi pada penelitian ini adalah sediaan *lip matte* yang beredar di kecamatan Kandat, kabupaten Kediri, provinsi Jawa Timur.

## 2. Sampel

Sampel pada penelitian ini adalah sediaan *lip matte* sebanyak 8 sampel dengan kriteria 4 sampel memiliki nomor registrasi BPOM dan 4 sampel tidak memiliki nomor registrasi BPOM, dengan kisaran harga dibawah Rp.30.000,-.

## E. Variabel Penelitian

### 1. Variabel bebas

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah sampel *lip matte* yang tidak memiliki nomor registrasi BPOM dan yang memiliki nomor registrasi BPOM.

### 2. Variabel terikat

Variabel terikat dalam penelitian ini adalah kandungan rhodamin B yang terkandung dalam sampel *lip matte* yang beredar di kecamatan Kandat kabupaten Kediri.

## F. Definisi Operasional Variabel

Tabel 1. 1 Definisi operasional variabel

Variabel	Definisi Operasional	Alat Ukur	Hasil Ukur	Skala Ukur
<i>Lip matte</i>	Salah satu jenis produk perona bibir yang beredar di Kecamatan Kandat Kabupaten Kediri	-	-	-
Rhodamin B	Zat warna berbahaya yang dilarang dalam <i>lip matte</i> yang beredar di Kecamatan Kandat Kabupaten Kediri	Metode kualitatif menggunakan kromatografi lapis tipis (KLT)	(+) positif (-) negatif	Nominal

## **G. Metode Penelitian (Perka BPOM HK.03.1.23.08.11.07331 Tahun 2011)**

### **1. Pengambilan sampel**

Pengambilan sampel dilakukan secara acak pada beberapa toko yang berada di wilayah kecamatan Kandat kabupaten Kediri dengan merek yang berbeda. Dengan kriteria sampel dengan harga Rp.10.000,- sampai Rp.30.000,- dan 4 sampel memiliki nomor registrasi BPOM dan 4 sampel lainnya tidak memiliki nomor registrasi BPOM.

### **2. Pembuatan pelarut campur**

Kontrol negatif dibuat dari pelarut campur, yaitu campuran N,N-dimetilformamida – asam ortofosfat (95:5) v/v.

### **3. Pembuatan larutan uji**

Menimbang saksama lebih kurang 0,1 g – 0,3 g contoh dan larutkan dalam 2 ml pelarut campur. Kemudian dilakukan ekstraksi lemak 2 kali, setiap kali dengan 5 ml n-heksan. Ekstrak n-heksan dikumpulkan. Jika ekstrak berwarna, ekstraksi kembali dengan 2 ml pelarut campur dan buang lapisan n-heksan. Lapisan pelarut campur disaring melalui penyaring membran dengan porositas 0,45 µm gunakan filtrat sebagai larutan uji.

### **4. Pembuatan larutan baku pembanding**

Larutan baku pembanding dibuat dengan cara menimbang rhodamin B dan diencerkan dengan pelarut campur hingga kadar 0,2 mg/ml.

### **5. Pembuatan larutan campur (*spike*)**

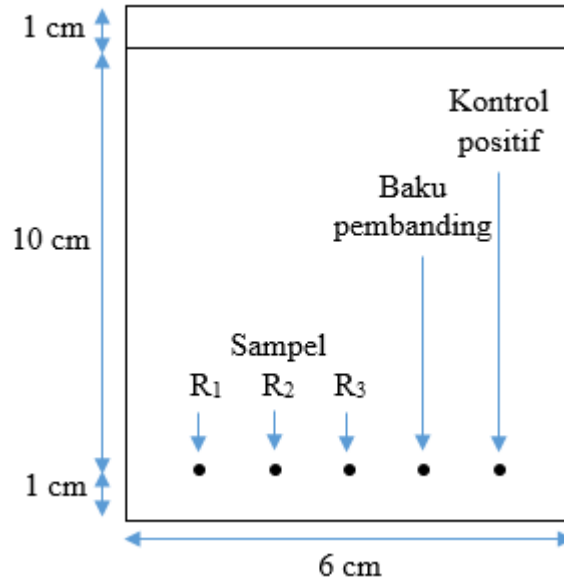
Kontrol positif sampel dibuat dengan mencampurkan larutan uji dan larutan baku pembanding (1:1) v/v (Rosa & Okzelia, 2023).

### **6. Pembuatan fase gerak**

Fase gerak menggunakan sistem F yaitu etil asetat – n-butanol – amonia 25% (20:55:25) v/v/v.

## 7. Prosedur KLT

- a) Lempeng KLT dipotong dengan panjang 12 cm dan 6 cm sebagaimana gambar berikut.



**Gambar 1. 1 Lempeng KLT**

- b) Bejana KLT dilapisi menggunakan kertas saring, kemudian bejana KLT dijenuhkan dengan larutan pengembang yang sesuai
- c) Lempeng KLT disiapkan dengan membuat batas penotolan dan batas eluasi 10 cm
- d) Menotolkan secara terpisah, masing-masing 1  $\mu$ l sampai 5  $\mu$ l larutan baku dan sejumlah volume sama larutan uji pada batas penotolan
- e) Lempeng KLT pada masing-masing bejana kromatografi yang berisi larutan pengembang dikembangkan sampai batas eluasi pada suhu ruang
- f) Lempeng KLT diangkat dan dikeringkan pada suhu ruang

## 8. Identifikasi

- a) Nilai Rf dihitung untuk masing-masing bercak
- b) Membandingkan nilai Rf dan warna bercak pada pengamatan secara visual yang diperoleh dari larutan uji dan larutan baku
- c) Mengamati bercak rhodamin B di bawah penyinaran lampu UV

## H. Metode Analisis

Metode analisis dalam penelitian ini yaitu analisis secara kualitatif. Metode analisis kualitatif didasarkan pada nilai Rf yang dihasilkan sampel *lip matte* yang kemudian dibandingkan dengan nilai Rf standar. Dimana nilai Rf dapat diperoleh dengan membagi jarak noda dengan jarak pelarut.

## I. Pengolahan, Penyajian, dan Analisis Data

Pengolahan data dilakukan berdasarkan data dari hasil pengujian kandungan rhodamin B secara kualitatif dengan kromatografi lapis tipis (KLT). Penyajian data dalam penelitian ini dalam bentuk gambar dan tabel. Analisis data pada penelitian ini dalam bentuk hasil positif ataupun negatif pada pengujian kualitatif.

**Tabel 3. 2 Penyajian data uji kualitatif**

<b>Kode Sampel</b>	<b>Rf Standar</b>	<b>Rf Sampel</b>	<b>Visual Bercak</b>	<b>UV 254 nm</b>	<b>Hasil</b>
A	(Angka)	(Angka)	Warna bercak	Berfluoresensi / tidak berfluoresensi	(+) / (-)
B	(Angka)	(Angka)	Warna bercak	Berfluoresensi / tidak berfluoresensi	(+) / (-)
C	(Angka)	(Angka)	Warna bercak	Berfluoresensi / tidak berfluoresensi	(+) / (-)
D	(Angka)	(Angka)	Warna bercak	Berfluoresensi / tidak berfluoresensi	(+) / (-)
E	(Angka)	(Angka)	Warna bercak	Berfluoresensi / tidak berfluoresensi	(+) / (-)
F	(Angka)	(Angka)	Warna bercak	Berfluoresensi / tidak berfluoresensi	(+) / (-)
G	(Angka)	(Angka)	Warna bercak	Berfluoresensi / tidak berfluoresensi	(+) / (-)
H	(Angka)	(Angka)	Warna bercak	Berfluoresensi / tidak berfluoresensi	(+) / (-)