

## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### A. Jenis dan Rancangan Penelitian

Penelitian yang dilakukan bersifat eksperimental. Variabel bebas pada penelitian ini adalah linearitas, akurasi dan presisi dan variabel terikatnya adalah verifikasi metode analisis Rhodamin B

#### B. Lokasi dan Waktu Penelitian

##### 1. Lokasi Penelitian

Lokasi penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Jurusan Teknologi Laboratorium Medis Politeknik Kesehatan Tanjungkarang.

##### 2. Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan pada bulan Maret-Mei 2023

#### C. Populasi dan Sampel

Sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah lipstik yang dijual di *online shop*

#### D. Variabel dan Definisi Operasional Penelitian

Tabel 3.1 Variabel dan Definisi Operasional

No.	Variabel	Definisi	Cara Ukur	Alat Ukur	Hasil Ukur	Skala Ukur
Bebas						
1	Linearitas	Kemampuan metode Spektrofotometri UV-Vis memperoleh hasil uji yang secara langsung proporsional dengan konsentrasi Rhodamin B pada kisaran yang diberikan	Spektro fotometri	Spektro fotometri UV-Vis	Koefisien korelasi (r) = 0,995 ≤ r ≤ 1	Rasio

2	Akurasi	Kedekatan antara kadar Rhodamin B dengan sebenarnya diterima ditunjukkan oleh metode Spektrofotometri UV-Vis	Spektro fotometri	Spektro fotometri UV-Vis	%recovery rentang 98-102%	Rasio
3	Presisi	Kemampuan metode Spektrofotometri UV-Vis dalam mendapatkan hasil pengukuran kadar Rhodamin B yang sama pada tiap pengulangan	Spektro fotometri	Spektro fotometri UV-Vis	%RSD sebesar $\leq 2\%$	Rasio
Terikat						
1	Verifikasi Metode Analisis	Tingkat tervalidasi metode pengukuran kadar rhodamin B secara spektrofotometri UV-Vis	Spektro fotometri	Spektro fotometri UV-Vis	Memenuhi syarat/tidak memenuhi syarat	Nominal

## E. Pengumpulan Data

### 1. Pemeriksaan Sampel di Laboratorium

#### A. Alat dan Bahan

- Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah: Neraca analitik elektrik, Spektrofotometer UV-Vis merk Hitachi U-1800, kuvet, gelas beaker (100 mL), pipet volume (5 ml dan 10 ml), labu ukur (5, 20 dan 50 mL), cawan arloji, batang pengaduk, pipet tetes, gunting, kertas saring, alumunium foil, tissue.
- Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah: aquadest, HCL 0,1 N, Rhodamin B, etanol 70%

#### B. Prosedur Pemeriksaan

##### 1. Pembuatan Larutan Induk 1000 ppm

Ditimbang 10 mg standar rhodamin B menggunakan timbangan analitik lalu dilarutkan dengan aquadest. Lalu masukkan ke dalam labu ukur 100 ml dan

tambahkan aquadest sampai batas tanda. Lalu dari 1000 ppm diencerkan menjadi 100 ppm dengan cara dipipet 10 mL dari larutan 1000 ppm dimasukkan ke labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan aquadest sampai tanda batas.

## 2. Penentuan Panjang Gelombang Maksimal

Penentuan panjang gelombang maksimal dilakukan dengan konsentrasi 10 ppm sebanyak 10 mL yang di encerkan dari larutan induk 100 ppm yang sudah dibuat sebelumnya. Ambil 10 mL dimasukkan ke labu ukur 100 mL lalu tambahkan aquadest sampai tanda batas. Kemudian masukkan ke dalam kuvet dengan menggunakan blanko aquadest. Rentang panjang gelombang yang digunakan yaitu 400-800 nm. Puncak maksimum yang dihasilkan dari spektrofotometri UV-Vis merupakan panjang gelombang maksimum rhodamin B.

## 3. Pembuatan Kurva Baku

Dibuat larutan baku dari larutan induk 100 ppm dengan konsentrasi 1, 2, 4, 6, 8, 10 ppm diencerkan dengan aquadest 100 ml. Lalu diukur absorbansinya pada spektrofotometri UV-Vis dan dibuat persamaan regresi linier  $y = bx + a$ .

## 4. Preparasi Sampel

Timbang 500 mg sampel lipstik dan ditambah dengan 4 tetes HCl 0,1 N serta 5 ml etanol 70%. Kertas saring disiapkan, sampel yang sudah larut dituang melalui kertas saring sehingga didapatkan filtrat. Filtrat dimasukkan ke labu ukur 25 ml dan ditambah etanol 70% hingga tanda batas. Larutan sampel 25 ml digunakan untuk 1 kali pengulangan pada uji akurasi.

## 5. Penentuan Kandungan Rhodamin B Pada Lipstik

Lipstik ditimbang 500 mg dan ditambah dengan 4 tetes HCl 0,1 N serta 5 ml etanol 70%. Kertas saring disiapkan, sampel yang sudah larut dituang melalui kertas saring sehingga didapatkan filtrat. Filtrat ditambah ke dalam labu ukur 25 ml dan ditambah menggunakan etanol 70% hingga tanda batas. Larutan diukur pada panjang gelombang maksimum.

## 6. Verifikasi Metode Analisis

### a. Uji Linearitas

Larutan seri konsentrasi 1, 2, 4, 6, 8 dan 10 ppm diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Pengukuran dilakukan 6 kali replikasi. Uji linearitas dikatakan baik jika nilai koefisien korelasi ( $r$ ) =  $0,995 \leq r \leq 1$ . Persamaan regresi linier yang diperoleh dinyatakan dengan persamaan berikut:

$$y = a + bx$$

Keterangan:

a : Intersep yang menunjukkan kepekaan analisis terutama instrumen yang digunakan

b : Nilai slope

x : Serapan

### b. Uji Presisi

Larutan seri konsentrasi 2, 4, dan 6 ppm diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Pengukuran dilakukan 6 kali replikasi. Langkah selanjutnya dihitung nilai % Relative Standard Deviation (%RSD). Suatu metode dikatakan presisi jika nilai persen RSD sebesar  $\leq 2\%$ . Cara menghitung nilai RSD dapat diperoleh dari persamaan berikut:

$$\frac{SD}{\bar{x}}$$

Keterangan:

RSD : Standar deviasi relatif

SD : Standar deviasi

$\bar{x}$  : Kadar rata-rata zat aktif

### c. Uji Akurasi

Larutan seri konsentrasi 2, 4 dan 6 ppm sebesar 1 ml dimasukkan kedalam labu ukur 25 ml dan ditambah larutan sampel hingga tanda batas diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Hasil absorbansi PK = C

samp spike – C samp blanko : kadar yang ditambahkan x 100% yang didapat kemudian dihitung untuk memperoleh nilai kadar sampel terukur. Kadar sampel terukur yang didapat kemudian dibandingkan dengan kadar sampel sesungguhnya untuk dihitung nilai persen perolehan kembali (% *recovery*). Suatu metode dikatakan akurat apabila nilai akurasi berada pada rentang 98–102%. Nilai persen akurasi didapat melalui persamaan berikut:

$$PK = \left( \frac{C \text{ samp spike} - C \text{ samp blanko}}{\text{Kadar yang ditambahkan}} \right) \times 100\%$$

Keterangan:

PK : Perolehan kembali

C : Konsentrasi

## F. Pengolahan dan Analisis Data

### 1. Pengolahan Data

Pengolahan data dilakukan setelah mendapatkan hasil. Pengolahan data dilakukan dengan program komputerisasi.

#### a. *Editing*

Pada tahap ini, penulis melakukan penelitian terhadap data yang diperoleh kemudian memasukkan apakah terdapat kekeliruan atau tidak dalam pengisian. Secara umum editing merupakan kegiatan untuk pengecekan dan perbaikan isian formulir atau kuisioner.

#### b. *Coding*

Merupakan proses dimana mengubah data berbentuk kalimat atau huruf menjadi data angka atau bilangan

#### c. Memasukkan data (*data entry*) atau processing

Data yang telah di *coding* kemudian dimasukkan ke dalam program atau “*software*” komputer.

d. *Cleaning*

*Cleaning* data adalah kegiatan pengecekan kembali data yang sudah di *entry*, hal tersebut untuk melihat ada atau tidaknya kemungkinan kesalahan dalam memasukkan data.

2. Analisis Data

Data yang terkumpul kemudian di analisis dengan cara:

a. Analisis Regresi Linier

Analisis ini digunakan untuk mengetahui perbedaan signifikan dalam data yang diperoleh dari uji linearitas

**G. Ethical Clearance (Persetujuan Etik)**

Penelitian yang dilakukan atas izin komite etik, walaupun penelitian ini tidak menggunakan subyek manusia, namun tetap dilakukan telaah secara Etik, naskah proposal diserahkan ke Komite Etik Poltekkes Tanjungkarang untuk dievaluasi kelayakannya.