

## **BAB III**

### **METOLOGI PENELITIAN**

#### **A. Deskripsi Metode Pendekatan Kajian Artikel**

Kajian artikel merupakan salah satu metode penelitian yang menggunakan studi observasional retrospektif dengan data skunder yang menghubungkan dua atau lebih jurnal acuan sebagai dasar data acuan penelitian. Dalam penelitian ini peneliti melakukan rekapitulasi data tanpa melakukan manipulasi eksperimental yang berarti data tersebut valid dan telah diuji kebenarannya.

Ada beberapa proses dalam melakukan meta analisis sebagai berikut :

- a. Mencari artikel penelitian yang terkait dengan kajian artikel analisis Rho-damin B pada berbagai produk kosmetik dekoratif yang beredar di pasaran.
- b. Melakukan perbandingan dari artikel-atikel penelitian yang sebelumnya dengan merujuk simpulan umum pada masing-masing artikel tanpa melakukan analisis statistik atau analisis mendalam pada data dan hasil penelitiannya.
- c. Menyimpulkan hasil perbandingan artikel disesuaikan dengan tujuan penelitian.

## B. Informasi Jumlah dan Jenis Artikel

Jumlah jurnal untuk kajian artikel kali ini terdapat 5 jurnal yaitu 1 jurnal Internasional, 1 jurnal Nasional terakreditasi SINTA dan 3 jurnal Nasional pendukung bebas predator. Semuanya merupakan jurnal original atau hasil dari penelitian.

**Tabel 3.1 Jurnal Internasional dan Jurnal Nasional**

No.	Judul Artikel	Tahun	Akreditasi	H-indeks/ Quartile	ISSN	DOI
1	<i>Validation And Quantitative Analysis Of Carmine And Rhodamine B In Lipstik Formulation.</i>	2019		12/Q3	0975 - 7058	<a href="https://doi.org/10.22159/ijap.2019v11i3.32492">https://doi.org/10.22159/ijap.2019v11i3.32492</a>
2	Identifikasi Rhodamin B dalam Lipstik dengan Metode KLT dan Spektrofotometri UV-VIS.	2018	SINTA 3	4	2614 - 1558	<a href="https://doi.org/10.29405/j.bes/6873121338">https://doi.org/10.29405/j.bes/6873121338</a>
3	Analisis Rhodamin B pada Sediaan Lipstik dan Perona Mata secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi	2019	-	-	2354 - 8207	<a href="https://doi.org/10.33221/jikes.v18i3.387">https://doi.org/10.33221/jikes.v18i3.387</a>
4	Penetapan Rhodamin B Pada Sampel Lipstik Dengan Menggunakan KLT-Spektrofotodensitometri	2020	-	-	2599 - 2740	<a href="https://doi.org/10.24843/JCHE.M.2020.v14.i01.p13">https://doi.org/10.24843/JCHE.M.2020.v14.i01.p13</a>
5	Identifikasi Zat Warna Rhodamin B Pada	2014	-	-	2406 - 9299	<a href="https://garuda.ris">https://garuda.ris</a>

---

Kosmetik Pemerah Pipi Dan Eye Shadow Dengan Metode KLT Dan KCKT	<a href="http://tek-brin.go.id/documents/detail/964240">tek- brin.go.i d/docu- ments/d etail/964 240</a>
--	--

---

## C. Isi Artikel

### 1. Artikel Pertama

Judul artikel : *Validation And Quantitative Analysis Of Carmine And Rhodamine B In Lipstik Formultion*

Nama jurnal : *International Journal Of Applied Pharmaceutics*

Penerbit : *Innovare Academic Sciences*

Volume & Edisi : Vol 11, Edisi 3, Hal. 176-180

Tahun Terbit : 2019

Penulis artikel : Reyna Nevtasari, Abdul Rohman, Sudibyo Martono

#### ISI ARTIKEL

##### a. Tujuan penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk memvalidasi metode kromatografi cair kinerja tinggi fase terbalik (RP-HPLC) menggunakan *photo diode array* untuk penentuan Rhodamin B (RHO B) secara simultan dalam produk lipstik.

##### b. Metode penelitian

###### 1) Desain

Pada penelitian ini merupakan penelitian eksperimental.

###### 2) Populasi & sampel

Produk lipstik diperoleh dari beberapa pasar dan supermarket lokal di sekitar Yogyakarta. Sekitar 1000,0 mg produk lipstik ditimbang secara akurat menggunakan timbangan analitik (*Metler Toledo MX5*) dengan sensitivitas 0,1 mg, dan dilarutkan dengan fase gerak hingga 10,0 ml. Larutan disaring dengan PTFE 0,45  $\mu\text{m}$  dan diinjeksikan ke dalam sistem HPLC.

### 3) Instrumen

Timbangan analitik, gelas beker, batang pengaduk, spatel, pipet tetes, Kolom Cosmosil C18 (250 mm x 4,6 mm id, 5  $\mu\text{m}$ ) menggunakan kromatograf Shimadzu LC 20AD yang dilengkapi dengan *detektor photo-diode array* (PDA) pada 245-600 nm.

### 4) Metode analisis

#### a) Pembuatan Larutan Baku

Untuk preparasi larutan baku, CAR dan RHO B ditimbang sekitar 5,00 mg ditimbang secara akurat menggunakan timbangan analitik (*Metler Toledo MX5*) dengan sensitivitas 0,01 mg dan ditambahkan kedalam labu ukur 50 ml dan dilarutkan dengan fase gerak sampai volume. Solusi ini kemudian digunakan untuk menyiapkan kurva kalibrasi.

#### b) Persiapan Sampel

Sekitar 1000,0 mg produk lipstik ditimbang secara akurat menggunakan timbangan analitik (*Metler Toledo MX5*) dengan sensitivitas 0,1 mg dan dilarutkan dengan fase gerak hingga 10,0

ml. Larutan disaring dengan PTFE 0,45 um dan diinjeksikan dalam HPLC sistem.

c) Validasi Metode Analitik

Validasi metode analitik diperlukan untuk memastikan bahwa metode tersebut sesuai dengan tujuannya. HPLC dengan kondisi optimum divalidasi dengan menilai beberapa karakteristik kinerja antara lain selektivitas, linieritas, sensitivitas yang dinyatakan dengan batas deteksi dan batas kuantifikasi, presisi dan akurasi sebagaimana dalam pedoman *International Conference on Harmonization (ICH)* 2015.

d) Analisis Data

Semua data validasi (regresi linier, perolehan kembali, deviasi standart relatif (RSD) dan perolehan kembali) dinyatakan sebagai mean deviasi standar (SD) dari mean dan dihitung menggunakan *Microsoft Excel (Microsoft Inc., USA)*.

c. Hasil Penelitian

Uji kesesuaian sistem RP-HPLC menunjukkan bahwa sistem RP-HPLC dapat diandalkan untuk analisis kuantitatif Rhodamin B yang menunjukkan bahwa nilai RSD waktu retensi Rhodamin B serta area puncak Rhodamin B kurang dari 2%. Rhodamin B keduanya memiliki indeks kemurnian > 0,9999 dan dianggap murni, artinya puncak terelusi adalah detektor Rhodamin B.

Sensitivitas RP-HPLC dengan detektor PDA untuk analisis kuantitatif Rhodamin B ditunjukkan dengan nilai batas deteksi (LoD) dan batas kuantifikasi. Nilai LoD yang diperoleh masing-masing adalah 3,85 ng / ml LoQ untuk Rhodamin B. Selain itu nilai LoQ dihitung sebagai:  $3,33 \times$  nilai LoD. Nilai LoQ yang diperoleh adalah konsentrasi 12,82 ng / ml untuk Rhodamin B.

Akurasi RP-HPLC dievaluasi dengan persentase *recovery* menggunakan metode penambahan standar, Persentase pemulihan Rhodamin B yang dianalisis menggunakan RP-HPLC. *Association of Official Analytical Chemists* (AOAC) menetapkan bahwa persentase pemulihan analit pada level <100 ppm ( $\mu\text{g} / \text{g}$ ) berada di kisaran 80-110%, oleh karena itu, persentase pemulihan Rhodamin B yang diperoleh dengan menggunakan RP-HPLC dapat diterima, artinya metode ini akurat, juga dinyatakan bahwa kesalahan sistematis dapat diabaikan.

#### d. Kesimpulan

Metode yang dikembangkan akurat dan tepat seperti yang ditunjukkan oleh nilai yang dapat diterima dari simpangan baku relatif (RSD) dan persentase perolehan kembali. Metode RP-HPLC yang divalidasi sederhana tanpa persiapan sampel yang berlebihan dan cocok digunakan untuk analisis rutin pewarna (Rhodamin B) dalam sampel lipstik.

## 2. Artikel Kedua

- Judul Artikel : Identifikasi Rhodamin B dalam Lipstik dengan Metode KLT dan Spektrofotometri UV-VIS
- Nama Jurnal : *Bioeduscience*
- Penerbit : Fakultas Farmasi dan Sains, Universitas Muhammadiyah Prof. DR. Hamka, Jakarta
- Tahun Terbit : 2018
- Volume & Hal. : Volume 2 (1), Hal.68-73
- Penulis Artikel : Hurip Budi Riyanti, Sutiasningsih, Anggun Wisnu Sarsongko

### ISI ARTIKEL

#### a. Tujuan Penelitian

Untuk mengetahui keberadaan pewarna berbahaya Rhodamin B pada sediaan lipstik yang beredar di pasar Jakarta Timur.

#### b. Metode Penelitian

##### 1) Desain

Pada penelitian ini merupakan penelitian eksperimental.

##### 2) Populasi & Sampel

Lipstik yang beredar di pasar di wilayah Jakarta Timur, Berwarna merah mencolok, dan harganya murah kisaran Rp. 5000-Rp. 6000. sebelas sampel lipstik murah dengan merk yang berbeda dari keempat pasar tersebut.

##### 3) Instrumen

Timbangan analitik, alat- alat gelas, penangas air, spatel, pipet tetes, sudip, corong pemisah, kertas saring, kromatografi lapis tipis, spektrofotometer UV-Vis.

#### 4) Metode Analisis

Pada prosedur penelitian ini melakukan persiapan untuk memilih kriteria sampel lipstik murah yang akan disampling pda penelitian ini adalah lipstik yang beredar di pasar di wilayah jakarta timur, berwarna merah colok, harganya murah kisaran Rp 5000- Rp 6000 kemudian dilakukan pengujian terhadap kesebelas sampel tersebut yaitu

##### a) larutan uji

Sejumlah kurang lebih 500 mg sampel ditambahkan 4 tetes asam klorida 4 M, ditambah 5 ml metanol, lalu dilelehkan pada penangas air, kemudian ditambahkan metanol sampai 10 ml dan disaring dengan kertas saring (A).

##### b) larutan baku pembanding

50 mg pewarna Rhodamin B baku pembanding dilarutkan dalam 100 ml metanol (B).

##### c) campuran larutan uji dan baku pembanding

Dibuat campuran antara larutan (A) dan (B) dengan jumlah volume yang sama untuk menghasilkan larutan (C).

##### d) Pelaksanaan dan pengamatan dengan cara indentifikasi dengan metode Kromatografi Lapis Tipis (KLT) dan cara indentifikasi dengan Spektrofotometri UV-Vis.



## c. Hasil Penelitian

Data yang diperoleh dari pengujian dengan menggunakan Kromatografi Lapis Tipis adalah sebagai berikut :

**Tabel 3.2 Data harga Rf sampel dalam 3 macam eluen**

No	Eluen	Harga Rf		
		A	B	C
	(BP. Rhodamin B	0,9	0,91	0,9
1.	Sampel 1	0	0	0
2.	Sampel 2	0	0	0
3.	Sampel 3	0	0	0
4.	<b>Sampel 4</b>	<b>0,85</b>	<b>0,95</b>	<b>0,8</b>
5.	Sampel 5	0	0	0
6.	Sampel 6	0	0	0
7.	Sampel 7	0	0	0
8.	Sampel 8	0	0	0
9.	Sampel 9	0	0	0
10.	Sampel 10	0	0	0
11.	Sampel 11	0	0	0

Keterangan :

Eluen A = Etil asetat : n – butanol : amonia (20:55:25)

Eluen B = Etila asetat : metanol : amonia (15:6:3)

Eluen C = n – propanol : amonia (90:10)

Hasil dari kromatografi lapis tipis pada gambar di atas di dapatkan 1 sampel yang positif mengandung Rhodamin B selanjutnya dilakukan pengujian dengan menggunakan Spektrofotometri UV-Vis.

**Tabel 3.3 Data Panjang Gelombang ( $\lambda$ ) Maksimum**

No.	Keterangan	$\lambda$ Maksimum	Absorban
1	BP Rhodamin B	558	0.7579
2	Sampel 4	557	0.3120

Terdapat sampel yang positif mengandung Rhodamin B baik menggunakan metode KLT maupun spektrofotometri, artinya masih ada

oknum yang menyalahgunakan penggunaan Rhodamin B sebagai pewarna lipstik. Hal tersebut akan dapat membahayakan pengguna karena pemakaian yang terus menerus pada lipstik yang mengandung zat Rhodamin B dan bisa mengakibatkan iritasi pada kulit, bahkan terjadi kanker dan tumor. Pada penelitian ini menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis untuk membuktikan bahwa adanya sampel tersebut positif mengandung zat Rhodamin B.

#### d. Kesimpulan

Dari sejumlah 11 sampel lipstik yang beredar di empat pasar di wilayah Jakarta Timur yang diidentifikasi terdapat 1 sampel (9,090% dari 11 sampel ) yang mengandung zat warna Rhodamin B.

### 3. Artikel Ketiga

Judul Artikel : Analisis Rhodamin B pada Sediaan Lipstik dan Perona Mata secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi

Nama Jurnal : Jurnal Ilmiah Kesehatan

Penerbit : Program Studi Farmasi, Institut Sains dan Teknologi Al- Kamal

Volume & Hal. : Vol. 18 No. 3, Hal. 88-92

Tahun Terbit : 2019

Penulis Artikel: Dede Komarudin, Siva Fauziah, Ratih Pramintari

Isi Artikel

a. Tujuan Penelitian

Untuk identifikasi dan perhitungan kadar rhodamin B pada lipstik dan perona mata dilakukan dengan metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT).

b. Metode Penelitian

1) Desain

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimental

2) Populasi dan Sampel

Sampel yang digunakan untuk penelitian adalah lipstik dan perona mata yang tidak teregistrasi Badan Pengawas Obat dan Makanan (BPOM) yang diambil dari toko kosmetik di Pasar Jatinegara. Sampel diambil dari beberapa toko kosmetik yang tersebar di Pasar Jatinegara. Sampel terdiri dari 8 sampel yaitu 5 sampel perona mata dan 3 sampel lipstik.

3) Instrumen

Timbangan, Tabung reaksi, rak tabung, erlemeyer, batang pengaduk, penyaring membran PTFE, kertas saring, tangas air, tangas ultrasonik, penyaring nylon, *Detector Photo Diode Array* (PDA), peralatan KCKT.

4) Metode Analisis

a) Pembuatan Larutan Baku

Timbang seksama Rhodamin B sebanyak 25 mg, masukkan kedalam labu ukur 25 ml, larutkan dengan N,N-Dimetilformamida

(DMF) sonikasi hingga larut. Encerkan dengan N,N-Dimetilformamida (DMF) sampai tanda tera kemudian homogenkan.

- b) Dipipet sebanyak 0,10 ml larutan standar 1000 ppm dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml. Encerkan dengan N,N-Dimetilformamida (DMF) sampai tanda tera, homogenkan. Dipipet larutan sebanyak 0,5 ml, 1 ml, 1,5 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml, dan 5 ml ke dalam labu ukur 10 ml tambahkan dengan N,N-Dimetilformamida (DMF) sampai tanda tera, kocok sampai homogen. Larutan kemudian di saring dengan milipore 0,45  $\mu\text{m}$ . Injeksikan ke dalam sistem HPLC. Timbang sebanyak  $\pm 2$  gram sampel lipstik dan perona mata, masukkan ke dalam labu ukur 25 ml. Larutkan dengan N,N-Dimetilformamida (DMF), ultrasonik hingga larut himpitkan sampai tanda tera kocok hingga homogen. Disentrifuge larutan sampel selama  $\pm 2$  menit dengan kecepatan 14000 rpm. Diambil larutan bening dan saring menggunakan milipore 0,45  $\mu\text{m}$ . Injeksikan ke dalam sistem HPLC. Sampel diidentifikasi kasi dengan membandingkan waktu retensi baku Rhodamin B dengan waktu retensi sampel.
- c. Hasil Penelitian

Uji kesesuaian sistem digunakan untuk memverifikasi bahwa sistem kromatografi cukup untuk diterapkan dalam analisis. Kesesuaian sistem KCKT dilakukan untuk melihat daya elusi dan waktu retensi yang diperoleh. Berdasarkan hasil evaluasi kalibrasi larutan baku Rhodamin B diperoleh persamaan *regresi linier*  $y = 4336,76 + 345120,60x$ . Nilai koefi

sien korelasi yang diperoleh yaitu 0,9998 dimana nilai kolerasi yang baik adalah  $r = \geq 0,998$ . Dari hasil pengukuran linieritas rhodamin B diperoleh nilai r mendekati 1, hal tersebut menunjukkan bahwa terdapat kolerasi yang baik antara analit dan respon.

**Tabel 3.4 Hasil Identifikasi Sampel Perona Mata**

<b>Sampel</b>	<b>Uji</b>	<b>TR (menit)</b>	<b>Rata- rata TR</b>	<b>AUC</b>	<b>Kesimpulan</b>
<b>A</b>	I	5,606	5,61	517493,2 8	Terdeteksi
	II	5,614			
<b>B</b>	I	5,601	5,605	526430,1 4	Terdeteksi
	II	5,610			
<b>C</b>	I	5,578	5,578	500544,0 3	Terdeteksi
	II	5,578			
<b>D</b>	I	5,586	5,579	1194588, 32	Terdeteksi
	II	5,571			
<b>E</b>	I	5,599	5,596	1596140, 51	Terdeteksi
	II	5,593			

Rhodamin B pada sampel A, B, C, D, dan E memiliki waktu retensi yang sama dengan baku standar Rhodamin B yaitu sekitar 5,6 menit. Hal ini dapat menunjukkan bahwa kesemua sampel perona mata mengandung Rhodamin B.

**Tabel 3.5 Hasil Identifikasi Sampel Lipstik**

<b>Sampel</b>	<b>Uji</b>	<b>TR (menit)</b>	<b>Rata- rata TR</b>	<b>AUC</b>	<b>Kes- impulan</b>
<b>1</b>	I	5,597	5,586	517493,28	Terdeteksi
	II	5,575			
<b>2</b>	I	-	-	526430,14	Tidak Terdeteksi
	II	-			
<b>3</b>	I	5,585	5,592	500544,03	Terdeteksi
	II	5,599			

Rhodamin B pada sampel 1 dan 3 memiliki waktu retensi yang sama dengan baku standar Rhodamin B yaitu sekitar 5,6 menit. Hal ini dapat menunjukkan bahwa dua dari ketiga sampel lipstik mengandung Rhodamin B.

**Tabel 3.6 Kadar Rhodamin B Sampel Perona Mata**

<b>Sampel</b>	<b>Uji</b>	<b>Kadar (mg/kg)</b>	<b>Rata-rata Kadar</b>	<b>Kesimpulan</b>
<b>A</b>	I	769,14	776,98	Mengandung Rhodamin B
	II	784,82		
<b>B</b>	I	183,52	182,71	Mengandung Rhodamin B
	II	181,90		
<b>C</b>	I	171,08	167,99	Mengandung Rhodamin B
	II	164,89		
<b>D</b>	I	412,89	411,88	Mengandung Rhodamin B
	II	410,86		
<b>E</b>	I	515,04	514,31	Mengandung Rhodamin B
	II	513,57		

Kadar Rhodamin B terbesar terdapat pada sampel perona mata A. Jika diurutkan dari sampel dengan kadar terbesar ke kadar terendah maka urutannya yaitu sampel perona mata A, E, D, B, C. Kadar Rhodamin B pada lipstik terbesar terdapat pada lipstik 1 dan terendah pada lipstik 2.

#### d. Kesimpulan

Analisis kuantitatif sampel yang mengandung Rhodamin B paling besar adalah sampel perona mata A sebesar 776,98 mg/Kg dan kadar Rhodamin B paling kecil pada sampel lipstik sebesar 4,23 mg/Kg.

#### 4. Artikel Keempat

- Judul Artikel : Penetapan Rhodamin B Pada Sampel Lipstik Dengan Menggunakan KLT-Spektrofotodensitometri.
- Nama Jurnal : Jurnal Kimia (*Journal Of Chemistry*)
- Penerbit :Program Studi Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Udayana, Jimbaran, Badung, Indonesia
- Volume & Hal : volume 14 (1), Hal. 77-81
- Tahun Terbit : Januari 2020
- Penulis Artikel : N.N.A.S. Devi, N.P.M.P.P. Winarni, , I.P. Priyasana, G.A.D. Mayagita, V. Rahmadinha, K.M. Limba, A.A.I.K. Dewi, I K.N. Sanjaya, N.P.L. Laksmiani.

#### ISI ARTIKEL

##### a. Tujuan Penelitian

Untuk identifikasi dan analisis kuantitatif kandungan Rhodamin B pada lipstik yang ada di pasaran.

##### b. Metode penelitian

###### 1) Desain

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimental

###### 2) Populasi dan Sampel

3 lipstik berwarna merah yang dijual bebas di kota Denpasar dan kabupaten Badung.

### 3) Instrumen

Beberapa alat yang digunakan adalah labu takar (*Pyrex*), corong kaca, timbangan analitik, tabung reaksi (*Pyrex*), Erlenmeyer (*Pyrex*), batang pengaduk (*Pyrex*), sendok tanduk, pipet tetes, gelas ukur (*Pyrex*), gelas kimia (*Pyrex*), benang wol, kertas saring (*Whatman No. 1*), oven, hot plate, lempeng kromatografi lapis tipis (*Merck*), chamber (*Pyrex*), TLC Auto Sampler (*Camag*), TLC Visualizer (*Camag*) dan TLC Analyzer (*Camag*).

### 4) Metode Analisis

#### a) Pembuatan larutan Stok dan Seri

Larutan baku rhodamin B dibuat dengan konsentrasi sebesar 200 ppm. Larutan seri dibuat dengan melakukan pemipetan pada larutan baku dengan konsentrasi larutan seri sebesar 50; 75; 100; 125; 150 ppm. Pelarut yang digunakan pada pembuatan larutan stok dan seri adalah larutan HCl 0,1 N.

#### b) Ekstraksi

Diekstraksi dengan direndam menggunakan larutan amonia (Amonia dibuat dengan dilarutkan dalam etanol 70%). bersama dengan benang wol.

#### c) Identifikasi dengan KLT



Menggunakan fase diam silika gel dan fase gerak berupa n-butanol : etil asetat : amonia (13,2 : 5,2 : 6,5).

d) Identifikasi dengan Spektrofotodenditometri

Plat KLT selanjutnya diamati pada TLC Analyzer untuk diamati AUC pada masing-masing spot yang terbentuk. AUC yang diperoleh dari instrumen tersebut menggambarkan konsentrasi analit pada masing-masing totolan.

c. Hasil Penelitian

**Tabel 3.7 hasil pembacaan simulasi sampel**

<b>Larutan</b>	<b>Rf</b>	<b>AUC</b>	<b>Keterangan</b>
<b>Standar</b>	0.77	2893.5	Rhodamin B
<b>Seri 1</b>	0.76	636.6	Rhodamin B
<b>Seri 2</b>	0.76	793.4	Rhodamin B
<b>Seri 3</b>	0.76	1240.4	Rhodamin B
<b>Seri 4</b>	0.75	1460.2	Rhodamin B
<b>Seri 5</b>	0.75	696.0	Rhodamin B
<b>Sampel 1</b>	0.74	1460.8	Rhodamin B
<b>Sampel 1</b>	0.74	1558.3	Rhodamin B
<b>Sampel 1</b>	0.75	1502.7	Rhodamin B
<b>Sampel 2</b>	0.75	1275.7	Rhodamin B
<b>Sampel 2</b>	0.75	1037.6	Rhodamin B
<b>Sampel 2</b>	0.75	1516.3	Rhodamin B
<b>Sampel 3</b>	0.76	1768.9	Rhodamin B
<b>Sampel 3</b>	0.76	2091.4	Rhodamin B
<b>Sampel 3</b>	0.77	1659.0	Rhodamin B

**Tabel 3.8 Hasil Pembacaan Sampel**

<b>Larutan</b>	<b>Rf</b>	<b>AUC</b>	<b>Keterangan</b>
<b>Standar</b>	0.79	3002.4	Rhodamin B
<b>Seri 1</b>	0.79	716.8	Rhodamin B
<b>Seri 2</b>	0.79	1044.2	Rhodamin B
<b>Seri 3</b>	0.79	1245.8	Rhodamin B
<b>Seri 4</b>	0.79	1578.3	Rhodamin B
<b>Seri 5</b>	0.78	777.6	Rhodamin B

<b>Sampel 1</b>	0.26	347.9	Unknown*
<b>Sampel 1</b>	0.26	296.5	Unknown*
<b>Sampel 1</b>	0.26	260.2	Unknown*
<b>Sampel 2</b>	0.18	235.6	Unknown*
<b>Sampel 2</b>	0.26	316.5	Unknown*
<b>Sampel 2</b>	0.26	300.4	Unknown*
<b>Sampel 3</b>	0.27	884.3	Unknown*
<b>Sampel 3</b>	0.27	450.5	Unknown*
<b>Sampel 3</b>	0.28	808.7	Unknown*

Validasi metode yang dilakukan meliputi presisi, akurasi, linieritas, LOD, dan LOQ. Data hasil validasi metode dapat dilihat pada tabel dibawah.

**Tabel 3.9 Hasil Validasi Metode**

<b>Larutan</b>	<b>Kadar (ppm)</b>	<b>Presisi</b>	<b>Akurasi</b>
<b>Simulasi 1</b>	620 662,69 638,87	3,34%	117,53%
<b>Simulasi 2</b>	541,624 439,62 644,698	18,92%	121,79%
<b>Simulasi 3</b>	752,91 891,074 705,831	12,29%	176,02%

Validasi metode yang diperoleh belum memenuhi standar yang telah dipersyaratkan. Setelah diterapkan metode uji pada ketiga sampel yang disiapkan, didapatkan hasil negatif untuk kandungan Rhodamin B pada lipstik tersebut.

#### d. Kesimpulan dan Saran

##### 1) Kesimpulan

Ketiga sampel lipstik yang dianalisis tidak mengandung rhodamin B (negatif). Validasi metode yang dilakukan dalam penelitian ini belum memenuhi standar yang telah dipersyaratkan. Persentase perolehan kembali yang didapatkan adalah sebesar 117,53 - 176,02%, sedangkan nilai RSD sebesar 3,34- 18,92%.

## 2) Saran

Penelitian ini perlu disempurnakan agar didapatkan metode analisis kandungan Rhodamin B dalam lipstik dengan metode KLT-spektrofotodensitometri yang persyaratan validasinya terpenuhi, oleh karena itu, disarankan agar semua parameter dalam metode seperti waktu dan suhu pemanasan serta panjang benang wol yang digunakan selama proses penelitian ditentukan dengan pasti sehingga tidak menimbulkan variasi perlakuan terhadap sampel.

## 5. Artikel Kelima

Judul Artikel	: Identifikasi Zat Warna Rhodamin B Pada Kosmetik Pemerah Pipi Dan <i>Eye Shadow</i> Dengan Metode KLT Dan KCKT.
Nama Jurnal	: Jurnal Farmasi Galenika
Penerbit	: Sekolah Tinggi Farmasi Bandung, Sekolah Farmasi ITB
Volume & Hal.	: Volume 01 No. 02, Hal 71-77
Tahun Terbit	: 2014

Penulis Artikel : Winasih Rachmawati, Sophi Damayanti, Adi Mul-  
yana

## ISI ARTIKEL

### a. Tujuan Penelitian

Untuk menganalisis kualitatif keberadaan Rhodamin B dalam pemerah pipi dan *eye shadow*.

### b. Metode Penelitian

#### 1) Desain

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimental

#### 2) Populasi dan Sampel

6 sampel pemerah pipi dan 6 sampel *eye shadow*

#### 3) Instrumen

Timbangan analitik, Tabung reaksi, Rak tabung, Batang pengaduk, *Erlenmeyer*, Pipet tetes, Kertas saring, Alat-alat gelas, Corong pemisah *Kolom C<sub>18</sub>Phenomenex*, *detektor ultravioletvisible* pada 554 nm, KCKT.

#### 4) Metode Analisis

Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

##### a) Kesesuaian sistem

**Tabel 3.10 Kesesuaian Sistem KLT**

<b>Parameter</b>	<b>Kondisi metode</b>
<b>Lempeng KLT</b>	Silika Gel
<b>Fase Gerak</b>	Etil asetat-n-butanol-amoniak 25% (20:55:25, v/v/v)
<b>Pelarut</b>	Metanol
<b>Nilai Rf</b>	0,86

<b>Batas Deteksi</b>	2 µg/mL
----------------------	---------

b) Uji reliabilitas (presisi)

Dilakukan pengujian nilai Rf dengan metode KLT, secara *inter-day* dan *intraday*. Bila nilai Rf tiap pengujian sama, maka metode KLT tersebut presisi untuk digunakan dalam identifikasi zat warna Rhodamin B.

c) Identifikasi sampel

Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT)

a) Kesesuaian sistem

**Tabel 3.11 Kesesuaian Sistem KCKT**

<b>Parameter</b>	<b>Kondisi metode</b>
<b>Detektor</b>	Spektrofotometer Visibel ( $\lambda$ 554 nm)
<b>Kolom</b>	C18 phenomenex (3,90 x 150 mm, 10µm)
<b>Temperatur</b>	Temperatur ruang
<b>Fase Gerak</b>	asetonitril : metanol : air (47:47:6, v/v/v)
<b>Laju Alir</b>	1,4 mL/menit.
<b>Pelarut</b>	Aquabides
<b>Vol. Injeksi</b>	20 µL
<b>Waktu Analisis</b>	6 menit

b) Batas Deteksi (BD) dan Batas Kuantisasi (BK) Kurva kalibrasi rhodamin B dibuat dari 6 seri konsentrasi larutan baku yaitu 2, 4, 6, 8, 10 dan 12 µg/mL menggunakan pelarut air.

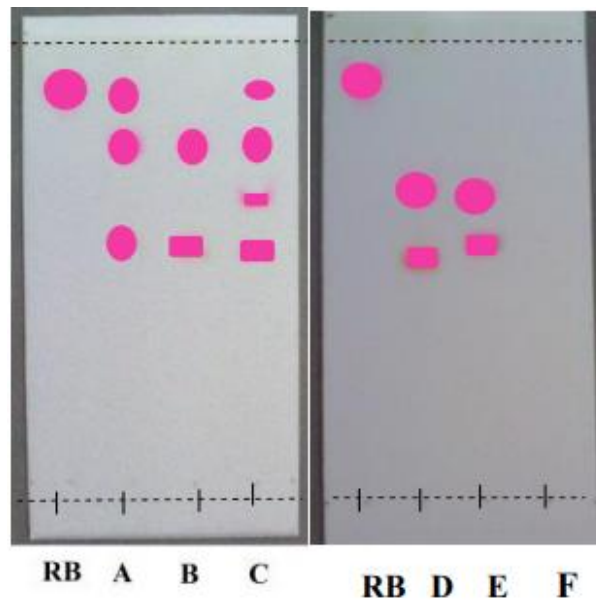
c) Identifikasi sampel Identifikasi rhodamin B pada sampel dilakukan dengan membandingkan kromatogram dan waktu retensi sampel dengan baku pembanding rhodamin B.

c. Hasil Penelitian

Hasil dari metode KLT uji reliabilitas (presisi) dilakukan pengujian nilai Rf secara *interday* dan *intraday*. Dilihat dari hasil presisi untuk *inter* dan *intra-day* sesuai dengan syarat keberterimaan yaitu nilai koefisien variasi (KV) <2%, hal ini menandakan metode yang digunakan memenuhi syarat presisi (Harmita, 2014).

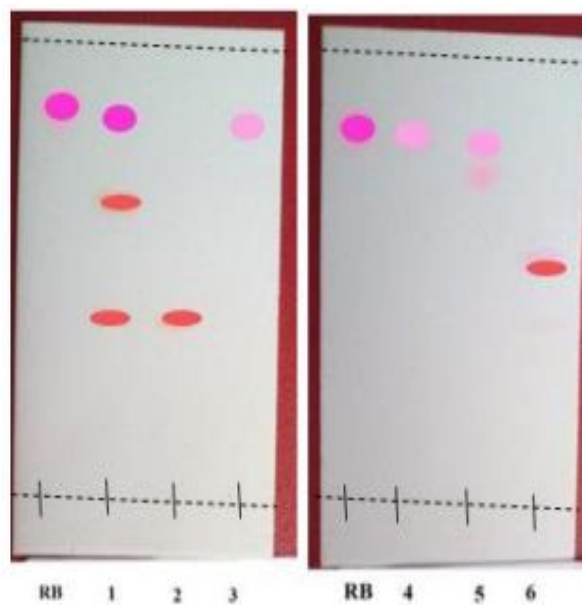
**Tabel 3.12 Presisi Nilai Rf Rhodamin B Metode KLT**

<b>Presisi</b>	<b>Jarak noda (cm)</b>	<b>Jarak eluen (cm)</b>	<b>Nilai Rf</b>
<i>Interday</i>	4,75	5,5	0,86
	4,8	5,5	0,87
	4,75	5,5	0,86
<i>Intraday</i>	4,75	5,5	0,86
	4,75	5,5	0,86
	4,8	5,5	0,87
	<b>Rata-rata</b>		0,86
	<b>Standar deviasi</b>		$5,16 \times 10^{-3}$
	<b>KV</b>		0,6%



**Gambar 3. 1 Hasil Identifikasi Kosmetik Pemerah Pipi**

Dari hasil identifikasi kosmetik pemerah pipi sampel yang positif terdeteksi rhodamin B adalah sampel A dan C. Hal ini dapat dilihat dari nilai Rf sampel yang sama dengan standar (RB) yaitu 0,87.



**Gambar 3. 2 Hasil Identifikasi Kosmetik Eye Shadow**

Identifikasi kosmetik *eye shadow* sampel yang positif terdeteksi rhodamin B adalah sampel 1,3,4 dan 5 karena mempunyai nilai Rf yang sama dengan standar (RB) yaitu 0,86. Kemudian hasil dari metode KCKT, Identifikasi rhodamin B pada sampel dilakukan dengan membandingkan kromatogram dan waktu retensi sampel dengan baku pembanding rhodamin B.

**Tabel 3.13 Hasil Identifikasi Rhodamin B dalam Pemerah pipi menggunakan metode KCKT**

<b>Sampel</b>	<b>AUC</b>	<b>tR (menit)</b>	<b>Kesimpulan</b>
<b>A</b>	5.754	2,024	Terdeteksi
<b>B</b>	3.114	1,924	Terdeteksi
<b>C</b>	12.297	1,855	Terdeteksi
<b>D</b>		0,797	Tidak Terdeteksi
<b>E</b>		0,621 dan 0,819	Tidak Terdeteksi
<b>F</b>		0,333	Tidak Terdeteksi

Rhodamin B di dalam sampel A, B dan C mempunyai waktu retensi yang sama dengan baku rhodamin B, yaitu pada waktu sekitar 1,9 menit. Hal ini dapat menunjukkan bahwa ke-3 sampel pemerah pipi tersebut mengandung Rhodamin B.

**Tabel 3.14 Hasil Identifikasi Rhodamin B dalam Sampel Eye Shadow menggunakan metode KCKT**

<b>Sampel</b>	<b>AUC</b>	<b>tR (menit)</b>	<b>Kesimpulan</b>
<b>1</b>	70.068	1,874	Terdeteksi
<b>2</b>	9.210	1,836	Terdeteksi
<b>3</b>	5.503	1,808	Terdeteksi
<b>4</b>	347.671	1,952	Terdeteksi
<b>5</b>	21.565	1,828	Terdeteksi
<b>6</b>	6.326	1,941	Terdeteksi



Identifikasi Rhodamin B dalam Sampel *Eye Shadow*, Pada sampel 1, 2, 3, 4, 5 dan 6 mempunyai waktu retensi yang sama dengan baku rhodamin yaitu pada waktu 1,9 menit. Hal ini menunjukkan bahwa keseluruhan sampel *eye shadow* mengandung rhodamin B.

**Tabel 3.15 Kadar Rhodamin B pada Sampel Pemerah Pipi**

<b>Pemerah Pipi</b>	<b>Kadar (<math>\mu\text{g/mL}</math>)</b>	<b>Kesimpulan</b>
<b>A</b>	1,57	Mengandung Rhodamin
<b>B</b>	1,44	Terdeteksi Rhodamin
<b>C</b>	1,7	Mengandung Rhodamin
<b>D</b>	-	
<b>E</b>	-	
<b>F</b>	-	

**Tabel 3.16 Kadar Rhodamin B pada Sampel *Eye Shadow***

<b><i>Eye Shadow</i></b>	<b>Kadar (<math>\mu\text{g/mL}</math>)</b>	<b>Kesimpulan</b>
<b>1</b>	1,95	Mengandung Rhodamin
<b>2</b>	1,18	Terdeteksi Rhodamin
<b>3</b>	1,23	Terdeteksi Rhodamin
<b>4</b>	3,27	Mengandung Rhodamin
<b>5</b>	0,96	Terdeteksi Rhodamin
<b>6</b>	0,93	Terdeteksi Rhodamin

#### d. Kesimpulan

Sampel kosmetik yang mengandung rhodamin B adalah A dan B (Pemerah pipi) dan sampel 1,3, 4 dan 5 (*eye shadow*). Dari hasil kurva kalibrasi didapatkan persamaan garis  $y = 26224,48x - 1829,4$  dengan nilai koefisien korelasi 0,9987. Dari persamaan tersebut diperoleh nilai batas deteksi (BD) sebesar  $0,45 \mu\text{g/mL}$  dan batas kuantisasi (BK) sebesar  $1,49 \mu\text{g/mL}$ . Sampel kosmetik yang mengandung rhodamin B adalah sampel A, B dan C (pemerah pipi) dan semua sampel *eye shadow*. Kadar

rhodamin B yang tertinggi terdapat pada sampel *eye shadow* no. 4 sebesar 3,27  $\mu\text{g/mL}$ .