

**ANALISIS KADAR LOGAM BERAT TIMBAL (Pb) PADA *EYELINER*  
DENGAN METODE DESTRUKSI KJELDAHL MENGGUNAKAN  
SPEKTROKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

**SKRIPSI**

**Oleh:**

**IFA NUR ADHIMAH  
NIM. 16630032**



**PROGRAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM  
MALANG  
2021**

**ANALISIS KADAR LOGAM BERAT TIMBAL (Pb) PADA *EYELINER*  
DENGAN METODE DESTRUKSI KJELDAHL MENGGUNAKAN  
SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
IFA NUR ADHIMAH  
NIM. 16630032**

**Diajukan Kepada:  
Fakultas Sains dan Teknologi  
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang  
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan Dalam  
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)**

**PROGRAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM  
MALANG  
2021**

**LEMBAR PENGESAHAN**

**ANALISIS KADAR LOGAM BERAT TIMBAL (Pb) PADA EYELINER  
DENGAN METODE DESTRUKSI KJELDAHL MENGGUNAKAN  
SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
IFA NUR ADHIMAH  
NIM. 16630032**

**Telah disetujui oleh:**

**Pembimbing I**



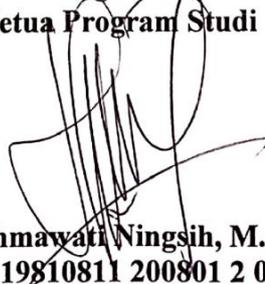
**Diana Candra Dewi, M.Si  
NIP. 19770720 200312 2 001**

**Pembimbing II**



**Dr. H. M. Imamudin. LC., M.A  
NIP. 19740602 200901 1 010**

**Mengetahui  
Ketua Program Studi**



**Rachmawati Ningsih, M.Si  
NIP. 19810811 200801 2 010**

**ANALISIS KADAR LOGAM BERAT TIMBAL (Pb) PADA EYELINER  
DENGAN METODE DESTRUKSI KJELDAHL MENGGUNAKAN  
SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

**SKRIPSI**

Oleh :  
**IFA NUR ADHIMAH**  
NIM 16630032

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi Dan Dinyatakan  
Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan Untuk Memperoleh Gelar Sarjana  
Sains (S.Si)**

**Tanggal:**

**Penguji Utama**

**: Himmatul Barroroh, M.Si  
NIP. 19750730 200312 2 001**

(  )

**Ketua Penguji**

**: Elok Kamilah Hayati, M.Si  
NIP. 19790620 200604 2 00**

(  )

**Sekretaris Penguji**

**: Diana Candra Dewi, M.Si  
NIP. 19770720 200312 2 001**

(  )

**Anggota Penguji**

**: Dr. H. M. Imamudin, LC., M.A  
NIP. 19740602 200901 1 010**

(  )

**Mengesahkan,  
Ketua Program Studi**

  
**Rachmawati Ningsih, M.Si  
NIP. 19810811 200801 2 010**

## PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN

Saya yang bertandatangan dibawah ini:

Nama : Ifa Nur Adhimah

NIM : 16630032

Program Studi : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Penentuan Kadar Logam Berat Timbal (Pb) pada *Eyelinier*  
Dengan Metode Destruksi Kjeldahl Menggunakan  
Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi atau hasil penelitian saya ini merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambil alihan data dan tidak terdapat unsur-unsur penjiplakan karya penelitian atau karya ilmiah yang pernah dilakukan atau dibuat oleh orang lain saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya, kecuali yang secara tertulis dikutip dalam naskah ini dengan mencantumkan sumber kutipan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia mempertanggungjawabkannya sesuai dengan peraturan yang berlaku.

Malang, 28 Desember 2021  
Yang Membuat Pernyataan,



Ifa Nur Adhimah  
NIM. 16630032

## HALAMAN PERSEMBAHAN

الحمد لله رب العالمين

**Dengan senantiasa mengucapkan syukur kepada Allah SWT atas rahmat, hidayah dan ridhoNya sehingga dapat terselesaikan karya sederhana ini. Tak lupa sholawat dan salam kepada nabi besar Muhammad SAW.**

....

Karya ini saya persembakan kepada segenap orang-orang yang saya sayangi sebagai rasa bakti, hormat dan rasa terima kasih sebesar-besarnya.

Kepada kedua orang tua saya (Bpk H. Abdul Mutholib dan Ibu Hj. Istiqomah) yang telah memberikan do'a, kasih sayang, nasehat, yang tulus dan tak pernah putus. Terima kasi untuk segalanya untuk kerja keras beliau sehingga saya dapat mempersembahkan karya sederhhana ini. Semoga Allah selalu memberikan yang terbaik untuk beliau, Aamiin,,

Kepada suami saya (Mas Udie), mertua saya dan segenap keluarga besar yang tidak bisa disebutkan satu persatu yang selalu ada dikala membutuhkan do'a dan dukungan dalam proses penyelesaian tugas akhir ini. Semoga Allah selalu membalas kebaikan-kebaikan beliau semua, Aamiinn,,

Kepada Ibu Diana, Bapak Imamudin yang telah membimbing saya dari awal hingga akhir penelitian, dan kepada seluruh laboran yang telah membantu dalam proses penelitian ini. Semoga Allah melipatgandakan kebaikan beliau-beliau semua, Aamiinn...

Kepada beliau Asaatidz dan Asaatidzah , sahabat-sahabat tercinta, teman-teman seperjuangan di KIMIA A, Carbon, Ponpes Albarokah, teman-teman di Lab Analitik, orang-orang berjasa di Malang, dan semua yang pernah terlibat dalam pembuatan karya sederhana ini, Sehat-sehat selalu, dan semoga selalu sukses...

Aaamiinn...

**Untuk Kita Semua Semangat Selalu ☺**

جزاكم الله أحسن الجزاء

## MOTTO

ولا بد لطالب العلم من تحمل المشقة والمذلة في طالب العلم، والتملق مذموم  
إلا في طالب العلم فإنه لا بد له من التملق للأستاذ وغيرهم للإستفادة منهم.

قيل : العلم عز لازل فيه، لا يدرك إلا بذل لاعز فيه

“Pencari ilmu harus mau sengsara dan merendah. Berketergantungan itu tercela kecuali untuk mencari ilmu. Justru harus berketergantungan dengan guru, teman dan lainnya guna istifadah kepada mereka.

Ilmu itu mulia, tiada rendahnya. Tapi bisa digapai hanya dnegan merendah dan tidak boleh gengsi”

-Sulthan al-'Ulama' al-Habib Salim bin 'Abdullah asy-Syathiri-

## KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, puji syukur penulis ucapkan kehadirat Allah swt, berkat rahman, dan rahim-Nya penulis mampu menyelesaikan proposal penelitian dengan judul **“Analisis Kadar Logam Berat Timbal (Pb) Pada *Eyelinor* Dengan Metode Destruksi Kjeldahl Menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)”** ini dengan sebaik mungkin. Shalawat serta salam selalu penulis haturkan kepada Nabi Muhammad saw, sosok tauladan personal dalam membangun *role model* peradaban dan budaya pemikiran.

Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Bapak Prof. Dr. M. Zainuddin, MA, selaku rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si, selaku ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Diana Candra Dewi, M.Si, selaku dosen pembimbing penelitian yang telah memberikan pengarahan, bimbingan dan nasehat kepada penulis selama menyelesaikan skripsi ini.
4. Bapak Dr. H. M. Imamudin, Lc., M.A selaku dosen pembimbing agama dalam penulisan skripsi ini.
5. Ayah, Ibu dan Suami tercinta atas kasih sepanjang masa yang tak mungkin bisa terbalaskan, beserta keluarga besar yang telah memotivasi dan memberi semangat kepada penulis.
6. Seluruh Dosen Program studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengalirkan ilmu, pengetahuan, pengalaman, wacana dan wawasannya, sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.
7. Seluruh laboran di Laboratorium Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah membantu, dan memberikan wawasan demi kelancaran proses penelitian penulis.

8. Seluruh teman-teman program studi kimia angkatan 16 dan kakak tingkat yang telah membantu dan memberikan motivasi kepada penulis dalam penyusunan skripsi ini.

Penulis menyadari akan kekurangan dan keterbatasan dalam penulisan skripsi ini. Oleh karena itu diperlukan kritik, dan saran yang membangun dalam upaya memperbaiki isi naskah skripsi ini sehingga menjadi lebih baik lagi. Akhir kata, semoga dengan penyusunan skripsi ini dapat memberikan manfaat dan pembuka ide-ide cemerlang bagi kita semua, Amin.

Malang , Desember 2021

Penulis

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL .....	i
HALAMAN PERSETUJUAN .....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
PERNYATAAN ORISINILITAS PENELITIAN .....	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN .....	v
MOTTO .....	vi
KATA PENGANTAR.....	vii
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR TABEL .....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN .....	xiv
ABSTRAK .....	xv
ABSTRACT .....	xiv
المخلص .....	xvii
<b>BAB I PENDAHULUAN.....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	6
1.3 Tujuan Penelitian .....	6
1.4 Manfaat Penelitian .....	7
1.5 Batasan Masalah .....	7
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....</b>	<b>8</b>
2.1 <i>Eyliner</i> .....	8
2.2 Bahan Baku Pembuatan <i>Eyliner</i> .....	9
2.3 Logam Timbal (Pb).....	12
2.3.1 Karakteristik Logam Timbal (Pb).....	12
2.3.2 Toksisitas Logam Timbal (Pb).....	13
2.3.3 Akumulasi Logam Timbal (Pb) pada <i>Eyliner</i> .....	15
2.4 Destruksi Basah Kjeldahl .....	16
2.5 Analisis Logam Timbal (Pb) Secara Spektroskopi Serapan Atom.....	18
2.6 Analisis Data Menggunakan Uji <i>Two Way Annova</i> .....	23
2.7 Penelitian Tentang Analisis Logam Berat Timbal (Pb) dalam Kosmetik.....	24
<b>BAB III METODE PENELITIAN .....</b>	<b>26</b>
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian.....	26
3.2 Alat dan Bahan .....	26
3.2.1 Alat.....	26
3.2.2 Bahan .....	26
3.3 Rancangan Penelitian.....	26
3.4 Tahapan Penelitian.....	27
3.5 Metode Penelitian .....	28
3.5.1 Pengambilan Sampel.....	28

3.5.2	Pengaturan Alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).....	28
3.5.3	Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb) .....	28
3.5.3.1	Pembuatan Larutan Standar Timbal 10 ppm .....	28
3.5.3.2	Pembuatan Larutan Kurva Standar Timbal 0; 0,4; 0,8; 1,2 dan 1,6 ppm .....	29
3.5.3.3	Pembuatan Kurva Baku Timbal .....	29
3.5.4	Preparasi Sampel.....	29
3.5.5	Penentuan Suhu dan Waktu Destruksi Terpilih .....	29
3.5.6	Penentuan Larutan Pendestruksi Terpilih .....	30
3.5.7	Penentuan Kadar Timbal (Pb) pada Sampel <i>Eyeliners</i> .....	31
3.6	Validasi Metode Analisis.....	32
<b>BAB IV</b>	<b>HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>35</b>
4.1	Pemilihan dan Preparasi Sampel .....	35
4.2	Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb).....	37
4.3	Penentuan Suhu dan Waktu Destruksi Terpilih.....	39
4.4	Penentuan Larutan Pendestruksi Terpilih.....	41
4.5	Analisis Logam Timbal (Pb) dalam Sampel <i>Eyeliners</i> .....	42
4.6	Hikmah Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) pada <i>Eyeliners</i> dalam Prespektif Islam .....	44
<b>BAB V</b>	<b>PENUTUP .....</b>	<b>50</b>
5.1	Kesimpulan .....	59
5.2	Saran .....	51
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>		<b>52</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>		<b>56</b>

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Komponen Spektrofotometri Serapan Atom.....	20
Gambar 4.1 Grafik Kurva Standar Logam Timbal (Pb) .....	37
Gambar 4.2 Grafik Kadar Timbal dalam Variasi Suhu dan Waktu .....	39
Gambar 4.3 Grafik Kadar Timbal dalam Variasi Larutan Pendestruksi .....	41
Gambar 4.4 Grafik Kadar Rata-rata Timbal dalam Variasi Sampel <i>Eyelinor</i> .....	43

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Kondisi SSA Untuk Analisis Logam Pb .....	22
Tabel 3.1 Variasi Suhu dan Waktu Destruksi .....	30
Tabel 3.2 Variasi Larutan Pendestruksi .....	31
Tabel 3.3 Variasi Jenis Sampel <i>Eyelinor</i> .....	32
Tabel 4.1 Komposisi sampel berBPOM .....	36
Tabel 4.2 Hasil Uji <i>Two way anova</i> i.....	41

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Rancangan Penelitian .....	56
Lampiran 2 Diagram Alir .....	57
Lampiran 3 Perhitungan .....	62
Lampiran 4 Hasil Uji Kurva Standar .....	64
Lampiran 5 Data Hasil Instrumen Sampel .....	65
Lampiran 6 Dokumentasi Penelitian .....	74
Lampiran 7 Analisis Statistik .....	76

## ABSTRAK

Adhimah, Ifa Nur. 2021. **Analisis Kadar Logam Berat Timbal (Pb) pada *Eyelinier* dengan Metode Destruksi Kjeldahl Menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Lapotran Hasil Penelitian. Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Diana Candra Dewi, M.Si; Pembimbing II: Dr. H. M. Imamudin, LC., M.A**

---

**Kata Kunci:** Timbal (Pb), *Eyelinier*, Metode Destruksi Kjeldahl

*Eyelinier* merupakan kosmetika rias mata yang digunakan untuk memperjelas garis bulu mata dengan warna gelap yang sesuai dengan kondisi pemakai. Oleh sebab itu, bahan yang terkandung didalam *eyelinier* cair harus aman. Persyaratan kadar maksimum logam berat, termasuk timbal dalam kosmetika yang ditetapkan oleh BPOM serta efek berbahaya yang ditimbulkan pada tubuh. Maka perlu dilakukan analisis logam berat timbal pada *eyelinier* menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA) yang diawali dengan destruksi tertutup menggunakan kjeldahl.

Penelitian ini bertujuan untuk menentukan larutan pendestruksi terpilih untuk menentukan kadar timbal pada sampel *eyelinier* menggunakan kjeldahl. Variasi suhu dan waktu destruksi suhu 130°C selama 3 jam dan suhu 100°C selama 1 jam. Kemudian dilakukan variasi komposisi larutan pendestruksi yang digunakan adalah larutan HNO<sub>3</sub> + H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (3:1) dan HNO<sub>3</sub> + HCl (1:3). Hasil suhu, waktu dan larutan pendestruksi terpilih akan digunakan untuk menentukan kadar *eyelinier* pada masing-masing merk yang terdaftar BPOM dan tidak terdaftar BPOM. Pengaruh larutan pendestruksi terhadap sampel dianalisa menggunakan uji *two way anova*. Hasil suhu, waktu dan larutan pendestruksi terpilih dengan kadar timbal (Pb) tertinggi pada *eyelinier* adalah HNO<sub>3</sub> + HCl (1:3) suhu 130°C selama 3 jam. Hasil rata-rata kadar logam timbal dalam *eyelinier* pada masing-masing sampel terdaftar BPOM dengan merk M, E, dan D sebesar 0,97 mg/kg, 0,1 mg/kg, dan 0,43 mg/kg. sedangkan kadar timbal (Pb) dalam *eyelinier* yang tidak terdaftar BPOM dengan merk K, N, dan B sebesar 0,4 mg/kg, 0,7 mg/kg, dan 0,6 mg/kg. Maka *eyelinier* yang terdaftar BPOM maupun tidak terdaftar BPOM layak digunakan karena kadar logam timbal (Pb) yang terkandung tidak melebihi ambang batas yang telah ditetapkan.

## ABSTRACT

Adhimah, Ifa Nur. 2021. **Analysis of Lead (Pb) in Eyeliner with Kjeldahl Destruction Method Using Atomic Absorption Spectroscopy (AAS). Research Results Report. Departement of Chemistry, Faculty of Science and Technology, State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Advisor I: Diana Candra Dewi, M.Si; Advisor II: Dr. H. M. Imamudin, LC., M.A.**

---

---

**Keywords:** Lead (Pb), Eyeliner, Kjeldal Destruction Method

Eyeliner is an eye makeup cosmetic that is used to clarify the lash line with a dark color that suits the wearer's condition. Therefore, the ingredients contained in liquid eyeliner must be safe. The requirements for maximum levels of heavy metals, including lead in cosmetics, are set by BPOM as well as the harmful effects on the body. So it is necessary to analyze the heavy metal lead in eyeliner using atomic absorption spectroscopy (AAS) which begins with closed destruction using Kjeldahl.

This study aims to determine the best destructive solution for determining lead levels in eyeliner samples using Kjeldahl. Variations in temperature and time of destruction were 130°C for 3 hours and 100°C for 1 hour. Then, the composition of the destructive solution used was varied, namely HNO<sub>3</sub> + H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (3:1) and HNO<sub>3</sub> + HCl (1:3) solutions. The results of temperature, time and the best destructive solution will be used to determine the eyeliner content of each brand registered with BPOM and not registered with BPOM. The effect of the destructive solution on the sample was analyzed using the two way anova test. The results of temperature, time and the best destructive solution with the highest lead (Pb) content in eyeliner was HNO<sub>3</sub> + HCl (1:3) at 130°C for 3 hours. The results of the average levels of lead in eyeliner in each BPOM registered sample with brands M, E, and D were 0.97 mg/kg, 0.1 mg/kg, and 0.43 mg/kg. while the levels of lead (Pb) in eyeliners that are not registered with BPOM with brands K, N, and B are 0.4 mg/kg, 0.7 mg/kg, and 0.6 mg/kg. Then the eyeliner registered by BPOM or not registered by BPOM is appropriate to use because the metal content of lead (Pb) contained does not exceed the threshold that has been set.

## الملخص

عظيمة عفة نور. تحليل الرصاص المعدني الثقيل (ف ب) في الأيلاينر بطريقة تدمير كيلدال باستخدام مطيافية الامتصاص الذري . تقرير نتائج البحث .برنامج دراسة الكيمياء ، كلية العلوم والتكنولوجيا ، جامعة مولانا مالك ابراهيم الإسلامية الحكومية بمالانج. المشرف الأول : ديانا جنديرا ديوي الماجستير، المشرف الثاني: الدكتور الحاج محمد إمام الدين. اللسانس. الماجستير.

---

**الكلمات الرئيسية:** الرصاص ، كحل العين ، طريقة تدمير كيلدال

الأيلاينر هو أحد مستحضرات التجميل الخاصة بمكياج العيون والذي يستخدم لتوضيح خط الرموش بلون غامق يناسب حالة مرتديها. لذلك ، يجب أن تكون المكونات الموجودة في محدد العيون السائل آمنة. تحدد ب ف و م متطلبات المستويات القصوى من المعادن الثقيلة ، بما في ذلك الرصاص في مستحضرات التجميل ، بالإضافة إلى الآثار الضارة على الجسم. لذلك من الضروري تحليل الرصاص المعدني الثقيل في محدد العيون باستخدام مطياف الامتصاص الذري والذي يبدأ بالتدمير المغلق باستخدام كيلدال

تهدف هذه الدراسة إلى تحديد أفضل الحلول المدمرة لتحديد مستويات الرصاص في عينات الأيلاينر باستخدام كيلدال. كانت الاختلافات في تكوين المحلول المدمر المستخدم هي حمض النيتريك + بيروكسيد الهيدروجين (3 : 1) عند 130 لمدة 3 ساعات ، وحمض النيتريك + حمض الهيدروكلوريك (1 : 3) عند 130 °C لمدة 3 ساعات وحمض النيتريك + حمض الهيدروكلوريك (1 : 3). درجة الحرارة 100 °C لمدة ساعة. سيتم استخدام نتائج أفضل الحلول المدمرة لتحديد مستوى محدد العيون في كل علامة تجارية مسجلة لدى ب ف و م وغير مسجلة في ب ف و م. تم تحليل تأثير المحلول المدمر على العينة باستخدام اختبار نونفا أحادي الاتجاه. كانت نتيجة أفضل محلول إتلاف مع أعلى محتوى للرصاص في الأيلاينر هو حمض النيتريك + حمض الهيدروكلوريك (1 : 3) عند 130 لمدة 3 ساعات. كان متوسط نتائج مستويات الرصاص في كحل العين في كل عينة مسجلة من ب ف و م مع العلامات التجارية M و E و D 0.97 مجم / كجم و 0.1 مجم / كجم و 0.43 مجم / كجم. بينما مستويات الرصاص في محددات العيون غير المسجلة مع ب ف و م مع العلامات التجارية K و N و B هي 0,4 مجم / كجم و 0,7 مجم / كجم و 0,6 مجم / كجم. ثم يكون محدد العيون المسجل بواسطة ب ف و م أو غير المسجل بواسطة ب ف و م مناسباً للاستخدام لأن المحتوى المعدني للرصاص الموجود لا يتجاوز الحد الذي تم تعيينه.

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1. Latar Belakang

Kosmetik menurut Badan Pengawas Obat dan Makanan (2014) adalah sediaan atau paduan bahan yang siap untuk digunakan pada bagian luar badan seperti epidermis, rambut, kuku, bibir, dan organ genital bagian luar, gigi dan rongga mulut terutama untuk membersihkan, menambah daya tarik, mengubah penampakan melindungi supaya tetap dalam kondisi baik. Tidak Semua jenis kosmetik memiliki kandungan yang bermacam-macam dan memiliki kegunaan masing-masing pada bagian tubuh manusia sehingga dapat kita manfaatkan. Dalam firman Allah SWT dijelaskan pada Q.S al-Baqarah ayat 168:

يَا أَيُّهَا النَّاسُ كُلُوا مِمَّا فِي الْأَرْضِ حَلْالًا طَيِّبًا وَلَا تَتَّبِعُوا خُطُوَاتِ الشَّيْطَانِ إِنَّهُ لَكُمْ عَدُوٌّ مُّبِينٌ

*“Wahai sekalian manusia, makanlah yang halal lagi baik dari apa yang terdapat di bumi, dan janganlah mengikuti langkah-langkah setan. Sesungguhnya setan adalah musuh yang nyata bagi kalian”*

Pendapat Imam Ibnu Katsir menerangkan dalam hal pemberian nikmat, disebutkan bahwa Allah telah membolehkan manusia untuk memakan atau mengonsumsi segala yang ada dimuka bumi, yaitu makanan yang halal, baik, dan bermanfaat bagi dirinya serta tidak membahayakan bagi tubuh dan akal pikirannya (Abdullah, 2007). Ajaran Islam menganjurkan untuk mengonsumsi segala sesuatu yang halal, baik, serta tidak membahayakan tubuh secara garis besar penting diketahui termasuk kriteria *thayyib* pada obat maupun kosmetik.

Oleh karena itu pentingnya konsumen memperhatikan keamanan produk yang akan digunakan karena dapat berakibat buruk bagi diri sendiri.

Kosmetik sebagai sarana untuk berhias sesungguhnya dalam ajaran Islam bukanlah sesuatu yang dilarang, melainkan Islam mengajarkan cara berhias yang baik tanpa harus merugikan atau merendahkan martabat manusia yang lain. Dalam Hadist Riwayat Muslim disebutkan:

إِنَّ اللَّهَ جَمِيلٌ يُحِبُّ الْجَمَالَ

“*Sesungguhnya Allah Maha Indah dan mencintai keindahan*” (HR. Muslim dari Ibnu Mas’ud RA)

Adapun menyenangkan keindahan merupakan hal yang disyariatkan sebab Allah Maha Indah, menciptakan keindahan, dan senang melihat kenikmatan yang telah dikaruniakannya tersebut dimanfaatkan dengan baik oleh hambaNya selama tidak merendahkan dan merugikan manusia.

*Eyeliner* merupakan sediaan rias mata yang digunakan untuk memperindah dan mempertajam bentuk mata. *Eyeliner* tersedia dalam bentuk sediaan cair. Umumnya sediaan *eyeliners* yang cair mengandung bahan dasar air yang merupakan media yang sangat baik untuk pertumbuhan mikroba. Ada beberapa bentuk sediaan *eyeliners* yaitu bentuk padat seperti pensil, bentuk cair, dan bentuk semi padat. Berisi pigmen warna dalam emulsi O/W (*water based*), atau petrolatum dan lilin (*Solvent Based*) (Wasitaatmadja, 1997). Bentuk *eyeliners* cair biasanya jenis ini dikemas bersama dengan kuas aplikator berujung runcing. Formula *eyeliners* jenis ini biasanya lebih pekat dan intens. *Eyeliners* jenis ini lebih cocok digunakan untuk membuat garis mata yang tipis dan tajam (Hermin, 2016).

Beberapa produk kosmetik mengandung logam berat seperti timbal, arsen, merkuri, kobalt, dan nikel yang digunakan sebagai bahan dasar atau pengotor. Sediaan kosmetik dapat dikatakan aman apabila memenuhi jumlah maksimum kadar timbal yang sesuai dengan persyaratan yang ada. Jumlah maksimum kadar timbal di beberapa negara ditetapkan sebesar 20 ppm dan tidak spesifik pada logam berat lainnya (Fernier, 2001). Hal itu juga dipertegas oleh Keputusan Kepala Badan POM tentang persyaratan cemaran mikroba dan logam berat dalam kosmetika, persyaratan cemaran logam berat timbal (Pb) yakni tidak lebih dari 20 mg/kg (BPOM RI, 2014).

*Eyeliners* yang beredar di masyarakat relatif mengandung timbal dengan konsentrasi yang cukup tinggi (Subakti, 2017). Timbal adalah sejenis logam yang lunak berwarna abu-abu kebiruan mengkilat serta mudah dimurnikan. Timbal dalam segala bentuk bersifat racun yang berbahaya bagi kesehatan tubuh. Logam berat yang terkandung dalam kosmetika umumnya merupakan zat pengotor (impuritis) pada bahan dasar pembuatan kosmetik. Logam berat yang perlu diwaspadai sering terkandung dalam kosmetik diantaranya adalah timbal, arsen, kadmium dan merkuri. Pada kondisi sekarang ini wanita sering menggunakan *eyeliner* dalam bentuk cair, padat dan pensil dalam kehidupan sehari-hari. *Eyeliners* sendiri mengandung zat pewarna, yang biasanya digunakan untuk mempertegas garis mata pada kelopak mata atas dan bawah. Tetapi masih banyak yang belum mengetahui kandungan logam berat apa saja yang ada didalam bahan *eyeliner* yang sering digunakan (Jaya dkk, 2013).

Beberapa faktor yang diduga sebagai penyebab pencemaran timbal pada *eyeliner* adalah bahan dasar yang digunakan secara alami mengandung Pb seperti

pada *beeswax* yang mengandung  $Pb \geq 10$  ppm. Selain itu, *solder* yang digunakan sebagai alat untuk mencetak tempat *eyeliner* juga dapat mengkontaminasi dan menambah kadar timbal dikarenakan bahan utama pembuatan *solder* adalah setengah timbal dan timah (Nourmoradi dkk, 2013 dan Heep dkk, 2009). Oleh karena itu, perlu dilakukan penelitian lebih lanjut terhadap sediaan *eyeliner* yang dijual dipasaran.

Badan Pengawas Obat dan Makanan melansir hasil temuan selama 2014 telah mengidentifikasi 68 kosmetik mengandung bahan berbahaya seperti timbal, diantaranya 32 kosmetik berasal dari luar negeri dan 36 kosmetik lokal, serta 37 diantaranya tidak memiliki notifikasi resmi dan 31 lainnya memiliki notifikasi yang telah dibatalkan. Beberapa pengujian kadar logam berat timbal (Pb) pada kosmetik *eyeliner* telah dilakukan, seperti pada Novebry dkk (2015) telah menemukan adanya logam berat timbal pada *eyeliner* yang beredar dikota Pontianak dengan kadar timbal sebesar  $4.0157 \mu\text{g}$ . Subakti dkk (2017) telah melakukan penelitian pada sediaan *eyeliner* yang beredar di Pasar Kota Medan dengan hasil terdapat kadar logam berat timbal sebesar  $0,2798 \text{ mg/kg}$ . Kemudian penelitian dilakukan oleh Philip dkk, (2018) pada berbagai sediaan kosmetik salah satunya *eyeliner*, yang menunjukkan kadar timbal pada *eyeliner* dengan kadar yang melebihi batas maksimum dengan rata-rata  $28,458 \text{ mg/kg}$ , sehingga tidak aman untuk digunakan.

Penentuan kadar timbal dapat diukur menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA) yang dapat menentukan konsentrasi suatu unsur dalam suatu cuplikan yang didasarkan pada proses penyerapan radiasi oleh atom-atom yang berada di tingkat energi dasar (ground state) (Boybul, 2009). Metode analisis SSA

merupakan metode yang populer untuk analisa logam karena disamping relatif sederhana, metode ini juga selektif dan sangat sensitif. Oleh karena itu, SSA menjadi metode analisis yang sering digunakan untuk pengukuran sampel logam dengan kadar yang sangat kecil (Broekaert, 2002).

Sampel yang akan dianalisis dilakukan preparasi terlebih dahulu yang bertujuan untuk mengubah analit menjadi bentuk yang dapat diukur karena dapat mempengaruhi hasil analisis. Sehingga dibutuhkan proses destruksi yang pada dasarnya ada dua jenis destruksi yaitu destruksi kering dan destruksi basah (Kristianingrum, 2012). Menurut Sumardi (1980) menyatakan bahwa metode destruksi basah lebih baik dari pada destruksi kering, karena tidak banyak bahan yang hilang dengan suhu pengabuan yang sangat tinggi. Dalam metode destruksi basah yang digunakan yaitu asam-asam kuat seperti  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HClO}_4$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{H}_2\text{O}_2$ , dan  $\text{HCl}$  agar sampel yang digunakan dapat mengoksidasi dari senyawa menjadi unsur yang dapat diteliti.

Metode analisis secara kuantitatif dapat diukur berdasarkan penyerapan panjang gelombang tertentu oleh atom logam menggunakan alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Metode ini dapat digunakan untuk menentukan kadar logam timbal (Pb) dalam sampel *eyeliner* yang terdaftar BPOM dan tidak terdaftar BPOM.

## 1.2. Rumusan Masalah

1. Apa variasi suhu dan waktu destruksi terpilih yang digunakan pada proses destruksi kjeldahl untuk analisis logam berat timbal (Pb) pada *eyeliner*?

2. Apa variasi larutan pendestruksi terpilih yang digunakan pada proses destruksi kjeldahl untuk analisis logam berat timbal (Pb) pada *eyeliner*?
3. Berapakah kadar logam berat timbal (Pb) berdasarkan variasi merek *eyeliner* menggunakan metode destruksi kjeldahl secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)?
4. Bagaimana hasil validasi kurva baku logam timbal (Pb) menggunakan parameter linieritas, batas deteksi (LOD) dan batas kuantisasi (LOQ)?

### **1.3 Tujuan Penelitian**

1. Untuk mengetahui variasi suhu dan waktu destruksi terpilih yang digunakan pada proses destruksi kjeldahl untuk analisis logam berat timbal (Pb) pada *eyeliner*
2. Untuk mengetahui variasi larutan pendestruksi terpilih yang digunakan pada proses destruksi kjeldahl untuk analisis logam berat timbal (Pb) pada *eyeliner*
3. Untuk mengetahui kadar logam berat timbal (Pb) berdasarkan variasi merek *eyeliner* menggunakan metode destruksi kjeldahl secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)
4. Untuk mengetahui hasil validasi kurva baku logam timbal (Pb) menggunakan parameter linieritas, batas deteksi (LOD) dan batas kuantisasi (LOQ)

### **1.4 Manfaat Penelitian**

1. Memberikan informasi mengenai variasi suhu dan waktu destruksi terpilih yang digunakan pada proses destruksi kjeldahl untuk analisis logam berat timbal (Pb) pada *eyeliner*

2. Memberikan informasi mengenai variasi larutan pendestruksi terpilih yang digunakan pada proses destruksi kjeldahl untuk analisis logam berat timbal (Pb) pada *eyeliner*
3. Memberikan informasi mengenai kadar logam berat timbal (Pb) berdasarkan variasi merek *eyeliner* menggunakan metode destruksi kjeldahl secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)
4. Memberikan informasi mengenai hasil validasi kurva baku logam timbal (Pb) menggunakan parameter linieritas, batas deteksi (LOD) dan batas kuantisasi (LOQ)

### **1.5 Batasan Masalah**

1. Sampel terdiri atas 3 merek yang terdaftar BPOM dan 3 merek tidak terdaftar BPOM dan dengan warna yang sama
2. Variasi suhu dan waktu yang digunakan adalah suhu 100°C selama 1 jam dan suhu 130°C selama 3 jam.
3. Variasi larutan pendestruksi yang digunakan dalam analisa cemaran logam Pb pada *eyeliner* adalah HNO<sub>3</sub>:HCl (1:3) dan HNO<sub>3</sub>:H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (3:1)
4. Metode yang digunakan yaitu destruksi basah (destruksi kjeldahl)

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 *Eyeliners***

Kosmetik rias yang digunakan untuk mempercantik dan menegaskan bentuk mata merupakan *eyeliner*. *Eyeliners* digunakan di sekeliling kontur mata untuk menciptakan berbagai efek estetika. *Eyeliners* umumnya digunakan sebagai riasan sehari-hari untuk menegaskan bentuk mata atau menciptakan tampilan mata yang lebih besar atau lebih kecil. Dalam tata rias wajah, fungsi utama *eyeliner* yaitu untuk melukis mata dan meminimalisir kekurangan pada bentuk mata. (Mulyawan, 2013). Layaknya kosmetika lain, *eyeliner* hadir dalam berbagai formula dan jenis, yang dapat disesuaikan dengan kebutuhan setiap wanita. Ada begitu banyak jenis *eyeliner* cara untuk menerapkannya seperti Pensil, gel, cair, dan bubuk (Bobbi brown, 2008).

*Eyeliners* merupakan sediaan rias mata yang digunakan untuk memperindah dan mempertajam bentuk mata. *Eyeliners* tersedia dalam bentuk sediaan cair. Umumnya sediaan *eyeliner* yang cair mengandung bahan dasar air yang merupakan media yang sangat baik untuk pertumbuhan mikroba. Ada beberapa bentuk sediaan *eyeliner* yaitu bentuk padat seperti pensil, bentuk cair, dan bentuk semi padat. Berisi pigmen warna dalam emulsi O/W (Water Based), atau petrolatum dan lilin (Solvent Based) (Wasitaatmadja, 1997).

Bentuk *eyeliner* cair biasanya jenis ini dikemas bersama dengan kuas aplikator berujung runcing. Formula *eyeliner* jenis ini biasanya lebih pekat dan intens. *Eyeliners* jenis ini lebih cocok digunakan untuk membuat garis mata yang

tipis dan tajam (Hermin, 2016). Cara penggunaan *eyeliner* ini juga mudah yaitu: pejamkan kelopak mata, lalu tarik kelopak mata kearah atas, pakaikan kesatu arah sekali usap, kemudian ulangi kearah yang sama hingga mencapai ketebalan diinginkan (Wasitaatmadja, 1997).

Badan Pengawas Obat dan Makanan (BPOM) telah menetapkan bahwa pelaku usaha wajib menjamin kosmetika yang diproduksi untuk diedarkan didalam negeri dan atau diimpor untuk diedarkan di wilayah Indonesia memenuhi persyaratan teknis bahan kosmetika. Persyaratan teknis bahan kosmetika sebagaimana yang dimaksud meliputi keamanan, kemanfaatan dan mutu. ada beberapa bahan yang diperbolehkan dalam pembuatan kosmetik. Bahan tersebut meliputi tabir surya, pewarna, serta pembatasan persyaratan penggunaan. Ketentuan tersebut tentunya harus diperhatikan dengan sangat (BPOM, 2011).

## **2.2 Bahan Baku Pembuatan *Eyeliner***

*Eyeliner* diaplikasikan di sepanjang garis bulu bagian atas dan bawah bulu mata dengan sikat halus untuk menonjolkan kesan yang diberikan oleh mata dan membuatnya lebih atraktif. Adapun *eyeliner* yang tahan terhadap air yaitu *film type eyeliner* atau disebut "*peel of type*", dengan formulasi bahannya sebagai berikut (Mitsui, T, 1993):

### **a. Besi Oksida Hitam**

Besi oksida hitam adalah pigmen bubuk halus dan berwarna hitam. Besi oksida dinilai aman untuk penggunaan kosmetik dan diproduksi secara sintetik untuk menghindari masuknya besi atau oksida besi, dan kotoran yang biasanya

ditemukan di oksida besi alami, seperti arsenik, timbal dan zat beracun lainnya.

Penggunaan besi oksida hitam sebanyak 14.0 %

#### b. Polivinil Asetat emulsi

Pada kosmetik dan produk perawatan pribadi, Polivinil asetat merupakan polimer dari vinil asetat yang digunakan sebagai pengikat, penstabil dan fiksatif pada formulasi sediaan riasan mata, *eyeliner* dan maskara. Polivinil asetat emulsi digunakan pada *eyeliner* sebanyak 45.0%. Polivinil asetat membantu menjaga emulsi agar tidak terpisah menjadi komponen minyak dan airnya.

#### c. Gliserin

Gliserin yang digunakan dalam kosmetik dan produk perawatan pribadi dapat diperoleh dari sumber alami (misalnya kedelai, tebu, atau gula sirup jagung) atau diproduksi secara sintetis. Gliserin digunakan pada kosmetik sebanyak 5.0%. Bentuk sintetis ini secara kimiawi identik dengan gliserin alami dan tubuh menangani keduanya dengan cara yang sama. Gliserin digunakan dengan aman di berbagai kosmetik dan produk perawatan pribadi untuk memberikan kelembutan dan lubrikasi. Gliserin juga merupakan humektan terkenal yang mencegah hilangnya kelembaban dari produk sehingga tidak cepat kering.

#### d. Polioksietilen sorbitan monooleat

Polyoksietilen sorbitan monooleat dan polioksietilen sorbitan trioleat adalah ester oleat dari sorbitol. Nama kimia polioksietilen sorbitan monooleat mencakup zat yang dikenal dengan nama komersial Polisorbat 80, dan Polisorbat 81. Zat tersebut digunakan sebagai eksipien (pengemulsi dan zat pendispersi) dalam produk obat. Zat ini juga banyak digunakan sebagai pengemulsi dalam produk makanan dan kosmetik. Zat tersebut sudah diakui aman sebagai

pengemulsi dalam produk makanan dan kosmetik. Polioksietilen sorbitan monooleat digunakan dalam kosmetik sebesar 1.0%.

e. Karboksimetil Selulosa

Karboksimetil selulosa atau CMC mempunyai fungsi sebagai pengental, penstabil emulsi atau suspensi dan bahan pengikat. CMC ini digunakan sebanyak 15.0% dalam sediaan *eyeliner*.

f. Asetilbutil sitrat

Asetilbutil sitrat adalah cairan berminyak bening yang pada dasarnya tidak berbau. Dalam kosmetik dan produk perawatan pribadi, Asetiltriethyl sitrat dan Asetiltributil sitrat digunakan terutama dalam formulasi produk perawatan kuku. Asetiltributil sitrat juga dapat ditemukan pada riasan mata. Dalam hal ini digunakan sebanyak 1.0% dalam sediaan *eyeliner*. Asetilbutil sitrat juga dapat digunakan sebagai plastisizer untuk bahan pembentuk film.

g. Air murni

Air digunakan dalam formulasi hampir semua jenis kosmetik dan produk perawatan pribadi. Air terutama digunakan sebagai pelarut dalam kosmetik dan produk perawatan pribadi yang melarutkan banyak bahan yang memberikan manfaat bagi kulit, seperti zat pengkondisi dan zat pembersih. Air murni digunakan dalam sediaan *eyeliner* sebanyak 19.0%.

h. Pengawet

Walaupun tidak semua formula membutuhkan penambahan pengawet akan tetapi, pengawet telah ditambahkan pada banyak kosmetika mata. Bahan tambahan berupa pengawet juga diberikan untuk memperpanjang umur simpan produk. Produk *eyeliner* emulsi mengandung cairan sehingga memiliki resiko

tercemari oleh mikroba. Oleh karena itu, cairan emulsi dilindungi oleh pengawet sehingga mikroba tidak dapat tumbuh. Selain itu, terdapat juga penambahan antioksidan dan fase minyak yang berguna untuk mencegah oksidasi dari asam stearat dan pigmen sehingga emulsi stabil dengan warna yang tetap konstan (Winanti, 2011). Pilihan pengawet untuk produk mata secara umum berupa alkil p-hidroksibenzoat.

#### i. Parfum

Banyak pengharum yang tidak diperlukan untuk penggunaan pada area sekitar mata, meliputi bau jenis aldehid. Tetapi, pengharum bentuk floral (tumbuh-tumbuhan) biasanya yang dipakai pada formulasi *eyeliner* tipe emulsi.

### **2.3. Logam Timbal (Pb)**

#### **2.3.1 Karakteristik Logam Timbal (Pb)**

Timbal adalah sejenis logam yang lunak berwarna abu-abu kebiruan mengkilat serta mudah dimurnikan dari pertambangan. Timbal mudah dibentuk, memiliki sifat kimia yang aktif, sehingga bisa digunakan untuk melapisi logam agar tidak timbul perkaratan. Logam ini termasuk kedalam kelompok logam-logam golongan IV-A pada Tabel Periodik unsur kimia. Logam ini mempunyai nomor atom 82 dengan bobot atau berat atom 207,2. Timbal meleleh pada suhu 328°C (662°F), dan titik didih 1740°C (3164°F) (Widowati, 2008).

Timbal mempunyai sifat yang mudah dibentuk dan sifat kimia aktif sehingga dapat digunakan untuk melapisi logam untuk mencegah pengkaratan. Bila dicampur dengan logam lain, timbal dapat membentuk logam campuran yang

lebih bagus dari pada logam murninya. Selain itu, timbal juga mempunyai kepadatan melebihi logam lain (Darmono, 1995).

Perkembangan industri kimia, dikenal pula zat aditif yang dapat ditambahkan kedalam bahan bakar kendaraan bermotor. Persenyawaan yang dibentuk dari logam Pb sebagai zat aditif ini ada dua jenis, yaitu  $(\text{CH}_3)_4\text{-Pb}$  (tetrametil-Pb) dan  $(\text{C}_2\text{H}_5)_4\text{-Pb}$  (tetraetil-Pb) (Palar, 2004). Timbal asetat khususnya digunakan pada proses pencelupan dan pencetakan tekstil, bahan pernis kayu, pabrik pestisida, pabrik cat, reagensia kimia, dan pewarna rambut (Palar, 2004). Biasanya terdapat banyak macam zat kimia dalam satu jenis kosmetik yang diperlukan untuk pembuatan, penyimpanan dan kelestarian kosmetik. Salah satunya adalah penggunaan logam seperti Fe, Zn, Cr, Mg, Cu. Penggunaan Pb biasanya ditambah untuk sediaan warna (Darmono, 1995).

### **2.3.2 Toksisitas Logam Timbal (Pb)**

Logam Timbal (Pb) merupakan logam non esensial yang sifatnya sangat toksik, sehingga apabila logam ini masuk ke dalam tubuh dapat mengganggu fungsi enzimatis dan proses regenerasi seluler (Palar, 2004). Logam timbal berbahaya karena bersifat karsinogenik, toksisitasnya tidak berubah, dan terurai dalam waktu yang lama (Brass dan Strauss, 1981). Di dalam tubuh, timbal bisa menghambat aktivitas enzim yang terlibat dalam pembentukan hemoglobin dan sebagian kecil timbal dieksresikan lewat urin atau feses karena sebagian terikat oleh protein, sedangkan sebagian lagi terakumulasi dalam ginjal, hati, kuku, jaringan lemak, dan rambut (Widowati, 2008).

Keracunan yang ditimbulkan oleh persenyawaan logam Pb dapat terjadi karena masuknya persenyawaan logam Pb tersebut ke dalam tubuh. Masuknya Pb ke dalam tubuh terabsorpsi sangat lambat sehingga terjadi penumpukan dan menjadi dasar timbulnya keracunan. Proses masuknya Pb ke dalam tubuh melalui beberapa jalur yaitu melalui makanan dan minuman, udara dan perembesan atau penetrasi pada selaput atau lapisan kulit (Jaya dkk, 2013). Disamping itu, pada wanita hamil, timbal dapat melewati plasenta dan kemudian akan ikut masuk dalam sistem peredaran darah janin, selanjutnya setelah bayi lahir, timbal akan dikeluarkan bersama air susu ibu (Palar, 2004).

Keracunan Pb dapat dibedakan menjadi dua, yaitu keracunan akut dan keracunan kronis. Pertama, keracunan akut ditandai dengan kadar lebih dari 0,72 ppm dalam darah. Keracunan yang terjadi biasanya disebabkan oleh masuknya senyawa Pb yang larut dalam asam atau inhalasi uap Pb. Efek astingen menimbulkan rasa haus dan rasa logam. Gejala lain yang sering timbul adalah mual, muntah dengan muntahan menyerupai susu karena Pb klorida, dan sakit perut hebat, tinja berwarna hitam karena Pb sulfida, dapat disertai diare atau konstipasi. Pb yang diserap dapat menyebabkan *syndrome shock* yang juga disebabkan oleh kehilangan cairan lewat saluran cerna. Terhadap susunan saraf Pb anorganik menyebabkan parestesia, nyeri dan kelemahan otot, anemia berat dan hemoglobinuria terjadi karena kematian dapat terjadi dalam 1-2 hari (Ganiswara, 1995).

Kedua, keracunan kronis. Keracunan ini dibedakan atas enam macam sindrom yaitu sindrom abdominal, neoromuskular, SSP, hematologi, renal, dan sindrom lain (muka warna kelabu dan bibir pucat, bercak retina, tanda ketuaan

dini, dll). Gejala ini biasa timbul sebagian atau semua sekaligus. Sindrom neuromuscular dan sindrom SSP terjadi pada pemejanaan hebat, sementara sindrom abdominal merupakan manifestasi yang timbul perlahan-lahan. Di Amerika Serikat sindrom SSP lebih sering ditemukan pada anak dan sindrom abdominal lebih sering ditemukan pada orang dewasa (Ganiswarna, 1995).

Menurut Depkes (2001), kadar maksimum timbal (Pb) dalam darah untuk anak-anak adalah 10 µg/dl, sedangkan untuk orang dewasa sekitar 10-25 µg/dl. Kadar timbal yang berlebihan dalam tubuh akan menyebabkan dampak negatif. Timbal yang dipakai dalam jumlah banyak akan menyebabkan kerusakan jaringan mukosal secara langsung. Sistem yang paling sensitif adalah sistem sintesis jaringan darah (haemopoetik). Timbal akan masuk ke dalam sel-sel yang sedang aktif berkembang sehingga menyebabkan kerusakan syaraf, kerusakan otak pada bayi dan anak-anak, pertumbuhan anak menjadi terhambat, gangguan pada ginjal, gangguan pendengaran, dan gangguan pada kecerdasan maupun tingkah laku. Pada orang dewasa, timbal dapat menyebabkan peningkatan tekanan darah dan gangguan pencernaan, kerusakan ginjal dan syaraf, sulit tidur, sakit sendi dan otak, perubahan *mood* dan gangguan reproduksi (Palar, 1994).

### **2.3.3. Akumulasi Logam Timbal (Pb) pada *Eyelinier***

Sediaan kosmetik dapat dikatakan aman apabila memenuhi jumlah maksimum kadar timbal yang sesuai dengan persyaratan yang ada. Jumlah maksimum kadar timbal di beberapa negara ditetapkan sebesar 20 ppm dan tidak spesifik pada logam berat lainnya (Fernier, 2001). Hal itu juga dipertegas oleh Keputusan Kepala Badan POM tentang persyaratan cemaran mikroba dan logam

berat dalam kosmetika, persyaratan cemaran logam berat timbal (Pb) yakni tidak lebih dari 20 mg/kg (BPOM RI, 2014). Timbal dalam kosmetik merupakan cemaran (zat pengotor) pada bahan dasar pembuatan kosmetik. Bahan dasar pembuatan kosmetik seperti *beeswax* secara alami mengandung Pb <10 ppm, bahan pewarna seperti *iron oxide* mengandung kadmium <1 ppm dan timbal <10 ppm (Rowe, 2009). Timbal dapat digunakan sebagai zat warna seperti Pb karbonat dan Pb sulfat (Ardyanto, 2005). Selain itu, cemaran timbal dapat diperoleh pada saat proses produksi atau peralatan yang digunakan (Heep dkk, 2009; Nourmoradi dkk, 2013). *Campaign for Safe Cosmetics* (2009) menyatakan bahwa berat logam tidak terdaftar sebagai bahan di beberapa kosmetik karena kurangnya pengujian pabrik atau pengawasan peraturan. Hal ini mungkin bahwa perusahaan bahkan tidak menyadari bahwa produk terkontaminasi dan kemungkinan kontaminan ini masuk ke produk saat bahan berkualitas buruk digunakan. Pemurnian bahan baku yang tidak memadai juga bisa menjadi salah satu faktor tersebut.

#### **2.4. Destruksi Basah Kjledahl**

Destruksi basah adalah perombakan sampel organik dengan asam-asam kuat baik tunggal maupun campuran. Dalam metode destruksi basah asam-asam kuat yang digunakan adalah asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ), asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), asam perklorat ( $\text{HClO}_4$ ), asam klorida ( $\text{HCl}$ ) dan dapat digunakan secara tunggal maupun campuran (Mulyani, 2007).

Destruksi basah memberikan beberapa keuntungan. Suhu yang digunakan tidak dapat melebihi titik didih larutan. Pada umumnya karbon lebih cepat hancur daripada menggunakan cara pengabuan kering. Pengabuan basah pada prinsipnya

adalah penggunaan asam nitrat untuk mendestruksi zat organik pada suhu rendah dengan maksud menghindari kehilangan mineral akibat penguapan (Apriyantono, 1989).

Menurut Sumardi (1981), metode destruksi basah lebih baik daripada cara destruksi kering karena tidak banyak bahan yang hilang dengan suhu pengabuan yang sangat tinggi. Hal ini merupakan salah satu faktor mengapa cara basah lebih sering digunakan oleh para peneliti. Di samping itu destruksi dengan cara basah biasanya dilakukan untuk memperbaiki cara kering yang biasanya memerlukan waktu yang lama.

Destruksi Kjeldahl merupakan metode destruksi basah tertutup yang didasarkan pada unit destruksi dan rak tabung, sehingga memungkinkan untuk analisis kjeldahl yang nyaman, aman, dan fleksibel. Parameter sampel yang didestruksi pada kjeldahl biasanya terdiri dari bahan mentah atau produk jadi dalam olahana makanan atau pakan, dan produk pertanian, air dan air limbah dalam berbagai industri senyawa. Kemudian dilakukan proses analisa menggunakan AAS atau ICP (Foss Tecator Line Digestion System, 2014).

Prinsip kerja pada destruksi kjeldahl yaitu pengerjaan diawali dengan mendestruksi sampel, labu yang digunakan untuk mendestruksi harus memiliki leher yang panjang sehingga mencegah terjadinya kehilangan bahan dan letupan yang kuat karena pada saat mendestruksi sampel menggunakan asam kuat. Sampel didestruksi menggunakan Asam nitrat dengan tujuan agar senyawa organik seperti C, H, O dalam sampel dapat teroksidasi menjadi  $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{O}_2$ . (Diniz, *et al*, 2013; Magomya, *et al*, 2014). Pada proses ini ditambahkan katalisator seperti  $\text{HCl}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , dan  $\text{H}_2\text{O}_2$  bertujuan mempercepat proses destruksi tanpa mengalami reaksi

dengan sampel. Hasil destruksi ditandai dengan larutan sampel berwarna jernih atau jernih agak kehijauan

### **2.5 Analisis Logam Timbal (Pb) secara Spektrofotometri Serapan Atom**

Sampel yang telah didestruksi dapat diukur kadarnya menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Spektrofotometer serapan atom (SSA) adalah suatu metode spektrofotometer yang memanfaatkan fenomena serapan atom sebagai dasar pengukuran. Penyerapannya energi sinar terjadi oleh atom netral dalam keadaan gas, sinar yang diserap itu biasanya sinar tampak atau ultra lembayung (Sastrohamidjojo, 2001).

Spektrofotometer serapan atom digunakan untuk analisis kualitatif unsur-unsur logam dalam jumlah sekelumit (Ultratrace). Cara analisis ini memberikan kadar total unsur logam dalam suatu sampel dan tidak tergantung pada bentuk molekul dari logam dalam sampel tersebut. Cara ini cocok untuk analisis sekelumit logam karena mempunyai kepekaan yang tinggi (batas deteksi kurang dari 1 ppm), pelaksanaannya relatif sederhana, dan interferensinya sedikit. Spektroskopi serapan atom didasarkan pada penyerapan energi sinar oleh atom-atom netral dalam bentuk gas (Rohman, 2007).

Metode Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom akan menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu tergantung pada sifat unsurnya. Misalnya, timbal menyerap pada panjang gelombang 217 nm. Cahaya pada panjang gelombang tersebut mempunyai cukup energi untuk mengubah tingkat elektronik suatu atom. Transisi elektronik suatu unsur bersifat spesifik. Dengan absorpsi energi, berarti

memperoleh banyak energi, suatu atom pada keadaan dasar dinaikkan ke tingkat eksitasi (Khopkar, 2010).

Menurut Wahidin (2009) dasar analisis SSA adalah pembentukan atom bebas pada waktu larutan cuplikan berada pada daerah pemanasan yang terjadi di dalam nyala pembakaran gas asetilen dengan oksidator udara atau  $N_2O$  disesuaikan dengan suhu yang diinginkan. Analisis yang dilakukan yaitu cuplikan dipanaskan dalam nyala pada sistem pembakar. Ketika suatu larutan unsur dipanaskan dalam nyala maka akan terjadi penguapan pada pelarutnya, kemudian akan terjadi penguraian senyawa analit menjadi atom-atom penyusunnya. Atom-atom tersebut akan mengabsorpsi garis cahaya monokromatis dari sumber cahaya katoda cekung yang sangat spesifik bagi setiap unsur. Apabila sinar monokromatis tersebut sesuai dengan atom unsur yang dianalisis maka akan diserap oleh unsur yang bersangkutan. Akibatnya cahaya yang keluar energinya menjadi berkurang. Sehingga unsur tersebut dapat dianalisis menggunakan hukum Lambert-Beer berdasarkan energi yang telah berkurang tersebut.

Hubungan serapan atom dengan konsentrasi dapat dinyatakan dengan hukum Lambert-Beer, yaitu (Day dan Underwood, 1989):

$$A = abc \dots \dots \dots (2.1)$$

dimana A = absorbansi

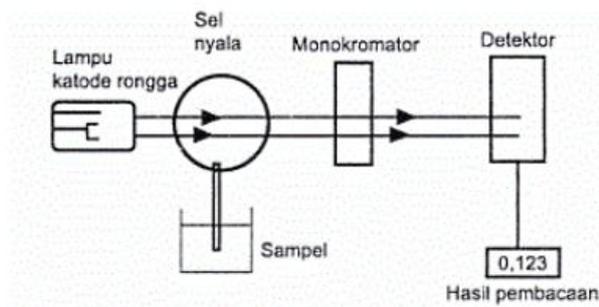
a = absorpsivitas molar

b = tinggi tungku pembakar

c = konsentrasi atom-atom yang menyerap sinar

Hubungan diatas digunakan untuk menentukan konsentrasi kadar logam melalui kurva kalibrasi yang dibuat dari larutan standar dari logam yang ditentukan (Wahidin, 2009).

Bagian-bagian instrumentasi Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) menurut Sumar dkk (1994) adalah sebagai berikut:



Gambar 2.1 Komponen Spektrofotometri Serapan Atom (Gandjar dan Rohman, 2007)

#### a. Sumber Sinar

Sumber sinar yang lazim dipakai adalah lampu katoda berongga (hollow cathoda lamp). Lampu ini terdiri atas tabung kaca tertutup yang mengandung suatu katoda dan anoda. Katoda berbentuk silinder berongga yang terbuat dari logam atau dilapisi dengan logam tertentu. Tabung logam ini diisi dengan gas mulia (neon atau argon) dengan tegangan (10 – 15 torr). Bila antara anoda dan katoda diberi selisih tegangan yang tinggi (600 volt), maka katoda akan memancarkan beras-berkas elektron yang bergerak menuju anoda yang mana kecepatan dan energinya sangat tinggi. Elektron-elektron dengan energi tinggi ini dalam perjalanannya menuju anoda akan bertabrakan dengan gas-gas mulia yang diisikan tadi. Akibat dari tabrakan-tabrakan ini membuat unsur-unsur gas mulia akan kehilangan elektron dan menjadi bermuatan positif. Ion-ion gas mulia yang

bermuatan positif ini selanjutnya akan bergerak ke katoda dengan kecepatan dan energi yang tinggi pula. Pada katoda terdapat unsur-unsur yang sesuai dengan unsur yang dianalisis. Unsur-unsur ini akan ditabrak oleh ion-ion positif gas mulia. Akibat tabrakan ini, unsur-unsur akan terlempar ke luar dari permukaan katoda. Atom-atom unsur dari katoda ini mungkin akan mengalami eksitasi ke tingkat energi-energi elektron yang lebih tinggi dan akan memancarkan spektrum pancaran dari unsur yang sama dengan unsur yang akan dianalisis (Gandjar dan Rohman, 2007).

#### b. Tempat Sampel

Dalam analisis dengan spektrofotometer serapan atom, sampel yang akan dianalisis harus diuraikan menjadi atom-atom netral yang masih dalam keadaan azas. Menurut Rohman (2007), salah satu alat yang digunakan untuk mengubah sampel menjadi uap atom-atomnya yaitu dengan nyala (Flame) yang digunakan untuk mengubah sampel yang berupa cairan menjadi bentuk uap atomnya dan untuk proses atomisasi. Suhu yang dapat dicapai oleh nyala tergantung pada gas yang digunakan, misalnya untuk gas asetilen-udara suhunya sebesar 220°C. Pada sumber nyala ini asetilen sebagai bahan pembakar, sedangkan udara sebagai bahan pengoksidasi. Pemilihan macam bahan bakar dan gas pengoksidasi serta komposisi perbandingannya sangat mempengaruhi suhu nyala.

#### c. Monokromator

Monokromator merupakan alat untuk memisahkan dan memilih spektrum sesuai dengan panjang gelombang yang digunakan dalam analisis dari sekian banyak spektrum yang dihasilkan lampu katoda berongga. Dalam monokromator

terdapat chopper (pemecah sinar), suatu alat yang berputar dengan frekuensi atau kecepatan perputaran tertentu (Rohman, 2007).

#### d. Detektor

Detektor digunakan untuk mengukur intensitas cahaya yang melalui tempat pengamatan. Ada dua cara yang dapat digunakan dalam sistem deteksi yaitu yang memberikan respon terhadap radiasi resonansi dan radiasi kontinyu; dan yang memberikan respon terhadap radiasi resonansi (Gandjar dan Rohman, 2007).

#### e. Rekorder

Isyarat dari tabung double foton dalam bentuk tenaga listrik akan diubah oleh rekorder dalam bentuk nilai serapan transmisi sehingga dapat terbaca nilai absorbansinya. Hasil pembacaan dapat berupa angka atau berupa kurva yang menggambarkan absorbansi atau intensitas emisi (Gandjar dan Rohman, 2007).

Sensitivitas dan batas deteksi merupakan dua parameter yang sering digunakan dalam SSA. Sensitivitas didefinisikan sebagai konsentrasi suatu unsur dalam larutan air ( $\mu\text{g/ml}$ ) yang mengabsorpsi 1% dari intensitas radiasi yang datang. Umumnya 1% absorbansi setara dengan 99% transmitansi yang berarti nilai absorbansinya 0,004. Sedangkan batas deteksi adalah konsentrasi suatu unsur dalam larutan yang memberikan signal setara dengan dua kali deviasi standar dari suatu seri pengukuran standar yang konsentrasinya mendekati blangko. Keduanya, baik sensitivitas maupun batas deteksi dapat bervariasi dengan perubahan temperatur nyala, dan lebar pita spektra (Khopkar, 2010).

Tabel 2.1 Kondisi SSA Untuk Analisis Logam Pb (Khopkar, 2010)

Logam	Panjang Gelombang (nm)	Tipe Nyala	Kisaran kerja ( $\mu\text{g/mL}$ )	Batas Deteksi ( $\mu\text{g/mL}$ )
Pb	217	UA	5-20	0,015

Gangguan-gangguan yang dapat terjadi dalam SSA adalah sebagai berikut

(Gandjar dan Rohman, 2007) :

1. Gangguan yang berasal dari matriks sampel yang mana dapat mempengaruhi banyaknya sampel yang mencapai nyala.
2. Gangguan kimia yang dapat mempengaruhi jumlah atau banyaknya atom yang terjadi dalam nyala.

## 2.6 Analisis Data Menggunakan Uji *Two Way ANNOVA*

Analisis variasi atau annova adalah metode analisis statistika yang termasuk ke dalam cabang statistika interferensi. Uji dalam annova menggunakan uji F yang dipakai untuk pengujian lebih dari 2 sampel. Annova digunakan untuk melakukan analisis komparasi multivariabel. Teknik analisis komparatif dengan menggunakan “t” yakni dengan mencari perbedaan yang signifikan dari dua buah mean hanya efektif bila jumlah variabel dua. Untuk mengatasi hal tersebut ada teknik analisis komparatif yang lebih baik yaitu *Analysis of Variances* atau annova (Horwitz, 1975).

Analisis variasi two way annova digunakan bila sumber keragaman yang terjadi tidak hanya karena satu faktor perlakuan. Faktor lain yang mungkin menjadi sumber keragaman respon juga harus diperhatikan. Menggunakan variasi ini maka dapat membandingkan beberapa rata-rata yang berasal dari beberapa

kategori/ kelompok untuk satu variable perlakuan. Analisis annova dapat diketahui dengan melihat hasil sebagai berikut :

1. Ho diterima jika  $F_{hitung} < F_{tabel}$  dan Ho ditolak jika  $F_{hitung} > F_{tabel}$ .
2. Ho ditolak jika  $sig < a$  dan Ho diterima jika  $sig > a$

Jika % *recovery* yang lebih besar dari 100% atau hasil pengukuran lebih besar dari konsentrasi sebenarnya dapat disebabkan oleh beberapa faktor. Faktor pertama adalah ketidakpastian. Penyebab ketidakpastian dalam penelitian kurva standar adalah ketidakpastian dalam kalibrasi baik dalam penggunaan alat maupun dalam pembacaan skala (Horwitz, 1975).

## **2.7 Penelitian Tentang Analisis Logam Berat Timbal (Pb) dalam Kosmetik**

Penelitian logam berat timbal (Pb) pada *eyeliner* sebelumnya oleh Novebry dkk (2015) juga telah melakukan penelitian dan menemukan adanya logam berat timbal pada kosmetik *eyeliner* yang beredar dikota Pontianak menggunakan zat pendestruksi  $HNO_3$  dan HCl sehingga menghasilkan kadar timbal sebesar 4.0157  $\mu g/g$ . Kemudian Subakti dkk (2017) melakukan penelitian pada sediaan kosmetik *eyeliner* yang beredar di Pasar Kota Medan dengan zat pendestruksi  $HNO_3$  65% menghasilkan kadar logam berat timbal sebesar 0.2180  $\mu g/g$ . Penelitian yang dilakukan oleh Faruruwa dan Bartholomew (2014) pada 10 jenis kosmetik wajah yang biasa digunakan pelajar di Nigeria beberapa sampel diantaranya *eyeliner*, lipstik, maskara, dan bedak pengambilan sampel dari super market terdekat. Analisis tersebut menggunakan zat pendestruksi  $HNO_3$  sehingga menghasilkan kadar logam berat timbal (Pb) berturut-turut sebesar 2.50 mg/kg, 3.40 mg/kg, 14.00 mg/kg, dan dibawah batas deteksi.

Philip *et al.* (2018) telah melakukan penelitian pada berbagai sediaan kosmetik salah satunya *eyeliner*, yang menunjukkan kadar timbal pada *eyeliner* dengan kadar yang melebihi batas maksimum tersebut berturut-turut dengan variasi merek sebesar 37.838  $\mu\text{g/g}$ , 58.458  $\mu\text{g/g}$ , 61.218  $\mu\text{g/g}$  sehingga tidak aman untuk dipakai. Dan Yugatama dkk (2019) juga melakukan analisis kandungan logam timbal dalam beberapa sediaan kosmetik yang beredar di Kota Surakarta, diantaranya *eyeliner pencil*, bedak, dan lipstik dengan metode destruksi basah dengan campuran larutan asam  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{HCl}$  (1:3). Hasil analisis diperoleh bahwa kadar timbal terbesar terdapat pada sediaan lipstik yaitu sebesar  $23,1683 \pm 0,1225$  mg/kg dan kadar timbal terendah terdapat pada sediaan bedak yaitu sebesar  $0,6001 \pm 0,0092$  mg/kg.

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini telah dilaksanakan pada bulan Juni-September 2021 di Laboratorium Kimia Analitik dan Laboratorium Instrumen Program studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.

#### **3.2 Alat dan Bahan**

##### **3.2.1 Alat**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca analitik, pipet volume, labu ukur, pipet ukur, spatula, gelas arloji, tabung sentrifus, corong gelas, bola hisap, dan alat-alat gelas laboratorium lainnya, perangkat labu kjeldahl, serta perangkat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).

##### **3.2.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah 3 *eyeliner* cair yang tidak ber-BPOM dan 3 *eyeliner* cair yang ber-BPOM, larutan HNO<sub>3</sub> 65%, larutan HCl 36%, larutan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, larutan standar timbal (Pb) dan akuademin.

#### **3.3 Rancangan Penelitian**

Jenis penelitian ini adalah *experimental laboratory*, dengan menggunakan variasi tiga sampel *eyeliner* cair yang ber-BPOM dan tiga sampel *eyeliner* cair tidak ber-BPOM. Logam berat timbal (Pb) dalam *eyeliner* didestruksi menggunakan metode destruksi kjeldahl dengan variasi larutan pendestruksi

$\text{HNO}_3:\text{HCl}$  (1:3) dan  $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}_2$  (3:1) dengan variasi suhu dan waktu 130°C, 100°C, waktu 1 jam dan 3 jam. Kadar logam timbal (Pb) dalam *eyeliner* dianalisis menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Rancangan percobaan yang digunakan adalah Rancangan Acak Lengkap (RAL), yang terdiri dari satu faktor yaitu perbandingan variasi suhu dan waktu dan variasi larutan pendestruksi yang dilakukan secara terpisah.

Adapun proses penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut: pembuatan larutan stok timbal (Pb) dilakukan dengan cara dilarutkan dalam asam nitrat pekat. Selanjutnya dibuat kurva standar 0; 0,4; 0,8; 1,2 dan 1,6 mg/L. Langkah berikutnya yaitu preparasi sampel dengan cara semua sampel *eyeliner* cair dipisahkan isi dengan penyusun luarnya kemudian dimasukkan kedalam *beaker glass* secara bergantian. Setelah itu, dilakukan proses destruksi dengan variasi suhu dan waktu destruksi dengan suhu 130°C dan 100°C pada waktu 1 jam dan 3 jam. Kemudian divariasikan dengan larutan pendestruksi  $\text{HNO}_3:\text{HCl}$  (1:3) dan  $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}_2$  (3:1) dengan hasil waktu dan suhu terpilih. Dilanjutkan dengan penentuan kadar masing-masing sampel *eyeliner* baik yang ber-BPOM atau tidak ber-BPOM dengan penambahan larutan pendestruksi terpilih yang diperoleh pada analisis sebelumnya. Langkah terakhir, ditentukan konsentrasi timbal (Pb) menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom pada masing-masing ukuran sampel *eyeliner*.

### **3.4 Tahapan Penelitian**

Tahapan penelitian yang dilakukan meliputi:

1. Pemilihan dan preparasi sampel

2. Pengaturan alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)
3. Pembuatan kurva standar logam berat timbal (Pb)
4. Penentuan variasi suhu dan waktu destruksi terpilih
5. Penentuan variasi larutan pendestruksi terpilih
6. Penentuan kadar masing-masing sampel
7. Analisis data

### **3.5 Metode Penelitian**

#### **3.5.1 Pemilihan Sampel**

Sampel yang diambil dalam penelitian ini yaitu sampel *eyeliner* cair yang terdiri dari 3 merek sampel terdaftar BPOM dan 3 merek sampel tidak terdaftar BPOM dengan warna yang sama.

#### **3.5.2 Pengaturan Alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)**

Pengaturan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) Varian Spectra AA 240 yaitu meliputi panjang gelombang timbal (Pb) pada 217 nm, laju alir asetilen pada 2,5 L/menit, dan laju alir udara pada 10,0 L/menit.

#### **3.5.3 Pembuatan Larutan Standar Timbal (Pb)**

##### **3.5.3.1 Pembuatan Larutan Standar Timbal 10 ppm**

Dipipet 1 ml larutan induk timbal 1000 ppm dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml, diencerkan dengan HNO<sub>3</sub> 0,5 M sampai tanda batas dan dihomogenkan.

### **3.5.3.2 Pembuatan Larutan Standar Timbal 0; 0,4; 0,8; 1,2 dan 1,6 ppm**

Dipipet 0 mL, 2 mL, 4 mL, 6 mL dan 8 mL larutan standar 10 ppm ke dalam labu ukur 50 mL dan diencerkan dengan HNO<sub>3</sub> 0,5 M sampai tanda batas dan dihomogenkan.

### **3.5.3.3 Pembuatan Kurva Baku Timbal**

Diukur masing-masing absorbansi larutan seri standar timbal 0; 0,4; 0,8; 1,2 dan 1,6 ppm dengan spektroskopi serapan atom (SSA) Varian Spectra AA 240 pada panjang gelombang 217 nm laju alir asetilen pada 2,5 L/menit, laju udara pada 10 L/menit.

### **3.5.4 Preparasi Sampel**

Preparasi sampel pada penelitian ini dilakukan dengan cara sampel *eyeliner* cair dipisahkan isi dengan penyusun luarnya, kemudian ditimbang sebanyak 2 gram dari masing-masing sampel (3 ber-BPOM dan 3 tidak ber-BPOM), dicampurkan ke dalam gelas kimia, dan diambil sebanyak 2 gram kemudian dilakukan destruksi basah dengan larutan pendestruksi seperti pada tabel 3.1.

### **3.5.5 Penentuan Suhu dan Waktu Destruksi Terpilih**

Sampel *eyeliner* cair yang terdiri dari 3 jenis ber-BPOM dan 3 jenis tidak ber-BPOM masing-masing diambil sebanyak 2 gram, dicampurkan ke dalam gelas kimia, dan diambil sebanyak 2 gram kemudian ditambahkan 20 mL larutan pendestruksi seperti pada tabel 3.1 dengan variasi suhu dan waktu 100°C selama 1 jam dan 130°C selama 3 jam. Kemudian dimasukkan ke dalam Labu Kjeldahl dan didestruksi dalam kjeldahl. Selanjutnya larutan hasil destruksi didinginkan pada suhu ruang dan larutan disaring dalam gelas piala menggunakan kertas saring.

Filtrat yang dihasilkan diukur kadar Pb terlarut pada panjang gelombang 217 nm menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Perlakuan dilakukan sebanyak 3 kali pada masing-masing sampel, sehingga dilakukan analisis sampel sebanyak 9 kali. Adapun variasi suhu dan waktu destruksi yang digunakan adalah sebagai berikut:

Tabel 3.1 Variasi Suhu dan Waktu Destruksi

Berat Sampel Campuran (gr)	Zat Pendestruksi	Volume	Suhu	Waktu
2	HNO <sub>3</sub> :HCl, 1:3 (5 mL:15 mL)	20 mL	100° C	1 Jam
2	HNO <sub>3</sub> :HCl, 1:3 (5 mL:15 mL)	20 mL	130° C	3 Jam

Pada Tabel 3.1, kemudian dianalisis lebih lanjut dengan metode uji statistik menggunakan uji varian *two way annova* untuk mengetahui pengaruh penggunaan variasi suhu dan waktu destruksi, dilanjutkan dengan beberapa metode uji untuk mengetahui kadar terpilih yang diperoleh dalam sampel.

### 3.5.6 Penentuan Larutan Pendestruksi Terpilih

Sampel *eyeliner* cair yang terdiri dari 3 jenis ber-BPOM dan 3 jenis tidak ber-BPOM masing-masing diambil sebanyak 2 gram, dicampurkan ke dalam gelas kimia, dan diambil sebanyak 2 gram kemudian ditambahkan 20 mL larutan pendestruksi seperti pada tabel 3.2 dengan hasil variasi suhu dan waktu terpilih.. Kemudian dimasukkan ke dalam Labu Kjeldahl dan didestruksi dalam kjeldahl. Selanjutnya larutan hasil destruksi didinginkan pada suhu ruang dan larutan disaring dalam gelas piala menggunakan kertas saring. Filtrat yang dihasilkan

diukur kadar Pb terlarut pada panjang gelombang 217 nm menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Perlakuan dilakukan sebanyak 3 kali pada masing-masing sampel, sehingga dilakukan analisis sampel sebanyak 9 kali. Adapun variasi suhu dan waktu destruksi yang digunakan adalah sebagai berikut:

Tabel 3.2 Variasi Larutan Pendestruksi

Berat Sampel Campuran (gr)	Zat Pendestruksi	Volume
2	HNO <sub>3</sub> :HCl, 1:3 (5 mL:15 mL)	20 mL
2	HNO <sub>3</sub> :H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , 3:1 (15 mL:5 mL)	20 mL

Pada Tabel 3.2, kemudian dianalisis lebih lanjut dengan metode uji statistik menggunakan uji varian *two way annova* untuk mengetahui pengaruh penggunaan variasi larutan pendestruksi, dilanjutkan dengan beberapa metode uji untuk mengetahui kadar terpilih yang diperoleh dalam sampel.

### 3.5.7 Penentuan Kadar Timbal (Pb) pada Sampel *Eyelinier*

Sampel *eyelinier* cair ditimbang sebanyak 2 gram dari masing-masing sampel 3 ber-BPOM dan 3 tidak ber-BPOM dalam gelas kimia dan diberi tanda, kemudian ditambahkan dengan 20 mL larutan pendestruksi terpilih, dan dimasukkan ke dalam labu kjeldahl lalu didestruksi pada suhu dan waktu terpilih. Kemudian masing-masing larutan hasil destruksi yang diperoleh didinginkan pada suhu dan larutan disaring dalam tabung *sentrifuge* menggunakan kertas saring. Filtrat yang dihasilkan diukur kadar Pb terlarut pada panjang gelombang 217 nm menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Perlakuan dilakukan

sebanyak 3 kali pada masing-masing sampel, sehingga dilakukan analisis sampel sebanyak 18 kali. Adapun masing-masing sampel yang akan dianalisis adalah sebagai berikut:

Tabel 3.3 Variasi Jenis Sampel *Eyeliners*

Ulangan Sampel	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3
BPOM M	MU <sub>1</sub>	MU <sub>2</sub>	MU <sub>3</sub>
BPOM E	EU <sub>1</sub>	EU <sub>2</sub>	EU <sub>3</sub>
BPOM D	DU <sub>1</sub>	DU <sub>2</sub>	DU <sub>3</sub>
NON-BPOM K	KU <sub>1</sub>	KU <sub>2</sub>	KU <sub>3</sub>
NON-BPOM N	NU <sub>1</sub>	NU <sub>2</sub>	NU <sub>3</sub>
NON-BPOM B	BU <sub>1</sub>	BU <sub>2</sub>	BU <sub>3</sub>

### 3.6 Validasi Metode Analisis

#### a. Uji varian *two way anova*

*Two way annova* atau analisis variasi dua arah akan menunjukkan bahwa terdapat lebih dari satu faktor perlakuan. Hipotesis awal (H<sub>0</sub>) dan berupa hipotesis alternatif (H<sub>1</sub>) dimana H<sub>0</sub> ditolak apabila F Hitung > F Tabel. F Tabel didapatkan dari tabel F signifikansi 0,05. Sedangkan F<sub>Hitung</sub> menggunakan software SPSS atau dengan perhitungan manual F<sub>Hitung</sub> dari persamaan dibawah ini:

$$F \text{ Hitung} = \frac{KTP}{KTG} \dots\dots\dots(3.1)$$

Dimana:

KTP = Kuadrat Tengah Perlakuan

KTG= Kuadrat Tengah Galat

b. Uji Linearitas Kurva Baku

Uji linearitas bertujuan untuk membuktikan hubungan linearitas antara konsentrasi (C) dengan absorbansi (A) dari data kurva standar. Hubungan tersebut dapat ditunjukkan dengan nilai koefisien korelasi (r) dan persamaan regresi linier. Konsentrasi sampel dapat diketahui dengan memasukkan ke dalam persamaan berikut:

$$y = ax + b \dots\dots\dots (3.2)$$

Dimana: y = absorbansi sampel

b = intersep

x = konsentrasi sampel (dari instrumen)

a = slope

Berdasarkan perhitungan regresi linier, maka dapat diketahui kadar logam sebenarnya dengan rumus berikut (Emawati, dkk., 2015):

$$\text{Kadar Timbal (mg/kg)} = C \dots\dots\dots (3.3)$$

Dimana: C = konsentrasi sampel (mg/L)

V = volume sampel (L)

W = berat sampel (kg)

c. Uji Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantisasi (LOQ) Kurva Baku

Batas deteksi merupakan parameter uji batas dengan jumlah analit terkecil dalam sampel yang dapat terdeteksi dan masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blanko. Sedangkan batas kuantisasi merupakan parameter uji untuk mengetahui konsentrasi atau jumlah

terendah analit yang masih dapat ditentukan secara kuantitatif agar pengukuran lebih akurat. Nilai LOD dan LOQ ini diperoleh dari pembuatan kurva standar timbal (Pb). Persamaan yang digunakan sebagai berikut (Emawati, dkk., 2015):

$$\text{Standar Deviasi (Sy/x)} = \sqrt{(y-\hat{y})^2/n-2} \dots \dots \dots (3.4)$$

$$\text{Uji Batas Deteksi} = 3 \times \text{SDSlope} \dots \dots \dots (3.5)$$

$$\text{Uji Batas Kuantisasi} = 10 \times \text{SDSlope} \dots \dots \dots (3.6)$$

## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui jenis larutan pendestruksi yang baik pada *eyeliner* melalui proses optimasi metode destruksi kjledahl yang akan digunakan untuk menentukan kadar logam berat timbal (Pb). Hasil optimasi terpilih digunakan untuk menentukan kadar timbal pada *eyeliner* yang ber-BPOM dan tidak ber-BPOM. Kadar timbal pada *eyekiner* dapat diketahui menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA).

#### **4.1 Pemilihan dan Preparasi Sampel**

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah *eyeliner*. Sampel yang digunakan berjumlah enam, dengan keterangan tiga sampel merek M, E, dan D terdaftar BPOM dan tiga sampel merek K, N, dan B tidak terdaftar BPOM. Warna masing-masing sampel sama (mirip) yaitu hitam. Dan pada penelitian ini, jenis *eyeliner* yang digunakan adalah cair (*liquid liner*). Pemilihan jenis *eyeliner* cair ini karena sering digunakan oleh konsumen.

Sampel diperoleh secara acak dari salah satu toko kosmetik online dan didatangkan dari beberapa kota yang berbeda. Sampel yang dipilih diharapkan dapat mewakili populasi yang akan diamati. Dipilih sampel yang terdaftar dan tidak terdaftar pada BPOM bertujuan untuk mengetahui perbandingan kadar timbal didalamnya sehingga dapat mengetahui apakah kadar timbal pada merek yang tidak terdaftar BPOM memiliki kadar timbal yang lebih tinggi dibandingkan dengan merek yang sudah terdaftar BPOM.

Preparasi sampel dilakukan dengan menimbang setiap sampel *eyeliner*, masing-masing merek dengan berat 2 gr kemudian dicampur sampai merata kedalam beaker glass menggunakan spatula plastik. Tujuan pencampuran untuk mengetahui kadar timbal (Pb) secara umum dari *eyeliner*. Sampel yang telah dipreparasi akan digunakan untuk penentuan optimasi metode destruksi kjeldahl dalam analisis kadar timbal (Pb), sedangkan untuk pengujian kadar timbal berdasarkan sampel yang terdaftar BPOM atau tidak terdaftar BPOM menggunakan masing-masing merek sampel tanpa ada pencampuran sampel.

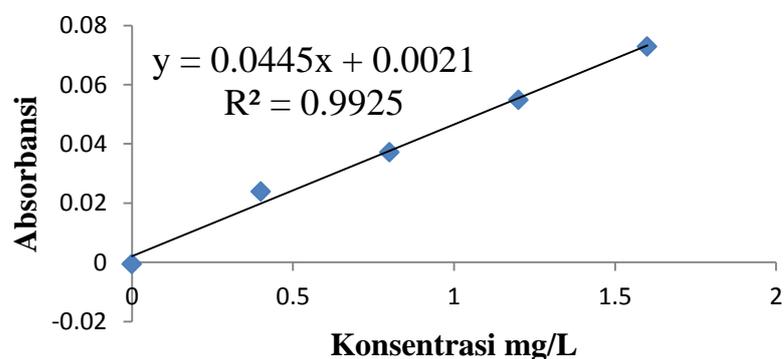
Tabel 4.1 Komposisi Sampel berBPOM

Merk D	Merk E	Merk M
Stearic Acid, Glyceryl	Aqua, Styrene/ Acrylates	Water, Acrylates
Monostearate, Sorbitan	Copolymer, CI 77266,	Copolymer, Alcohol
Sesquioleate,	Butylene Glycol,	Denat, Kaolin,
Polyethylene Glycol 400,	Acrylates Copolymer,	Magnesium Aluminium
Triethanolamine, Dist,	Sodium Polyacrylate	Silicate, Methylcellulose,
Water, Methyl Paraben,	Starch, Phenoxyethanol,	Dimethicone,
Propyl Paraben,	Nylon-12, Xantahan	Methylparaben, CI
Fragrance May Contain-	Gum, Ethylhexylglycerin,	77499, CI 77007
Iron Oxides, Ultramine	Tocopheryl Acetate,	
Blue.	Laureth-20, 1,2-	
	Hexanediol	

## 4.2 Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb)

Kurva standar merupakan kurva yang dibuat dari sederetan larutan standar dengan *range* tertentu yang berfungsi untuk menganalisis konsentrasi larutan sampel dari hasil pengukuran suatu sampel. Konsentrasi larutan standar Pb yang dibuat yaitu 0; 0,4; 0,8; 1,2 dan 1,6 mg/L dari larutan stok Pb 10 mg/L dan dianalisa menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang 217 nm.

Kurva standar dibuat dengan persamaan regresi linier yaitu  $y = ax + b$ , dimana  $y$  adalah absorbansi sedangkan  $a$  dan  $b$  merupakan konstanta yang akan ditentukan oleh nilai slope. Perbandingan antara nilai absorbansi dengan larutan standar akan menghasilkan kurva garis lurus. Data yang diperoleh kemudian dibuat kurva kalibrasi dengan membandingkan konsentrasi larutan standar ( $x$ ) terhadap absorbansinya ( $y$ ), sehingga dapat ditentukan persamaan garis regresi linier tersebut. Kurva kalibrasi logam timbal dapat ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Grafik Kurva Standar Logam Timbal (Pb)

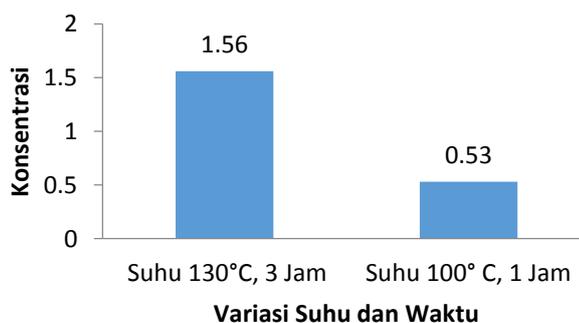
Berdasarkan Gambar 4.1 menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi semakin tinggi pula nilai absorbansi, sehingga diperoleh persamaan regresi linier  $y = 0,0445x + 0,0021$ , dimana  $y$  adalah absorbansi,  $a$  adalah *slope*,  $x$  adalah konsentrasi, dan  $b$  adalah *intersep*. Dari persamaan tersebut, nilai koefisien korelasi ( $r$ ) adalah 0,9925 dimana nilai tersebut mendekati +1 yang menunjukkan bahwa hubungan tersebut linier. Persamaan regresi linier tersebut selanjutnya dapat digunakan untuk menghitung konsentrasi sampel karena adanya hubungan linier antara konsentrasi (C) dengan absorbansi (A).

Uji linearitas bertujuan untuk membuktikan hubungan yang linier antara konsentrasi dengan absorbansi dari data kurva standar. Hubungan tersebut dapat ditunjukkan dengan nilai koefisien korelasi ( $r$ ) dan persamaan regresi linier. Persamaan regresi linier yang terbentuk dari Gambar 4.1 adalah  $y = 0,0445x + 0,0021$  dengan nilai  $r = 0,9925$ . Sensitivitas yang diperoleh dari pembuatan kurva standar Pb ditunjukkan dengan nilai slope (kemiringan) sebesar 0,0445. Nilai tersebut menunjukkan setiap perubahan konsentrasi (sumbu  $x$ ) akan memberikan perubahan terhadap nilai absorbansi (sumbu  $y$ ) sebesar 0,0445. Selain itu, hasil perhitungan LOD (batas deteksi) diperoleh sekitar 0,179 mg/L. Ini menunjukkan bahwa batas konsentrasi timbal terendah yang dapat terdeteksi oleh instrument sebesar 0,179 mg/L, sehingga jika konsentrasi yang diperoleh kurang dari batas tersebut berarti bukan termasuk konsentrasi timbal dan kemungkinan mengandung pengotor. Sedangkan untuk hasil LOQ (batas kuantisasi) diperoleh sekitar 0,597 mg/L. Jika konsentrasi timbal yang diperoleh melebihi batas tersebut maka pengukuran dikatakan akurat.

Penentuan kadar logam berat timbal (Pb) pada penelitian ini menggunakan destruksi *microwave domestic* terlebih dahulu dengan beberapa kali preparasi, kemudian menghasilkan hasil destruksi yang kurang maksimal ditandai dengan banyaknya pelarut yang menguap dan semua sampel tidak dapat larut karena masih terdapat banyak endapan setelah dilakukan destruksi. Kemudian proses destruksi diganti dengan metode lain yang tersedia seperti pada preparasi selanjutnya menggunakan *hot plate* dengan waktu yang lama dan hasil destruksi yang masih terdapat banyak endapan, sehingga proses destruksi dilanjutkan dengan metode lain yaitu metode destruksi kjeldahl menghasilkan hasil destruksi yang baik dengan hasil larutan yang pekat, endapannya lebih sedikit dan kadar yang diperoleh dapat dianalisis menggunakan Spektrometer Serapan Atom (SSA).

#### 4.3 Penentuan Suhu dan Waktu Destruksi Terpilih

Penggunaan variasi suhu dan waktu dalam *eyeliner* bertujuan untuk mengetahui suhu dan waktu terpilih dalam proses destruksi dengan hasil kadar timbal tertinggi. Proses destruksi ini menggunakan perbandingan larutan pendestruksi  $\text{HNO}_3:\text{HCl}$  (1:3) dan menghasilkan kadar timbal yang dapat dilihat pada gambar 4.2



Gambar 4.2. Grafik Kadar Timbal dalam Variasi Suhu dan Waktu Destruksi

Data hasil kadar timbal tersebut dikelola menggunakan SPSS Anova. SPSS Anova yang digunakan adalah uji *two way anova* dengan signifikan yang digunakan sebesar 0,05 atau tarif kepercayaan 95% dari uji anova. *Two way anova* ini dilakukan untuk menguji hipotesis sebagai berikut :

H0 = tidak terdapat pengaruh antara suhu dan waktu dan zat pengoksidasi terhadap hasil kadar logam timbal (Pb)

H1 = terdapat pengaruh antara suhu dan waktu dan zat pengoksidasi terhadap hasil kadar logam timbal (Pb).

Hipotesis dapat dianalisis menggunakan *two way annova* dapat diterima atau ditolak apabila memenuhi ketentuan, sebagai berikut :

H0 diterima jika  $F_{hitung} < F_{tabel}$  dan  $sig > \alpha$

H0 ditolak jika  $F_{hitung} > F_{tabel}$  dan  $sig < \alpha$

Tabel 4.1 Hasil *Two Way Anova* Pengaruh Suhu dan Waktu dan Zat pengoksidasi Terhadap Kadar Logam Pb dalam *Eyelineer*

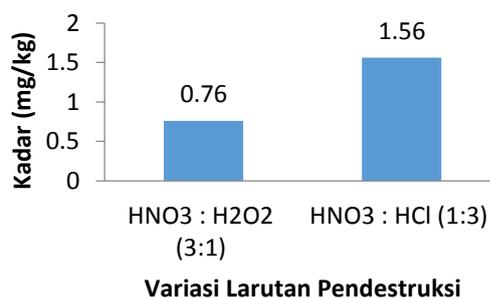
Sumber variasi	SS	df	MS	F <sub>Hitung</sub>	Sig	F <sub>tabel</sub>
Corrected Model	2.562	2	1.281	7.202	.014	2.979
Error	1.601	9	0.178			
Total	19.038	12				

Tabel di atas menunjukkan bahwa apabila nilai signifikansi (0.014) < 0,05 maka Ho ditolak. Dengan tingkat kesalahan yang ditetapkan sebesar 0,05, diperoleh nilai F hitung = 7.202, sedangkan F tabel = 2.979, dengan sesuai aturan

F hitung (7.202) > F tabel (2.979) maka  $H_0$  ditolak dan  $H_1$  diterima, artinya terdapat pengaruh yang signifikan dengan adanya variasi suhu dan waktu dan variasi zat pengoksidasi dari penentuan kadar logam timbal (Pb) pada *eyeliner*.

#### 4.4 Penentuan Larutan Pendestruksi Terpilih

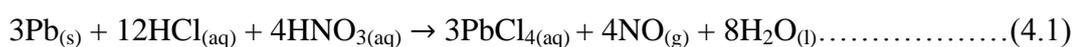
Penentuan kadar timbal dalam sampel *eyeliner* tentunya mengharuskan perlakuan digesti menggunakan pelarut asam. Larutan pendestruksi tersebut menggunakan asam-asam kuat baik tunggal maupun campuran, sehingga logam dapat larut sempurna dalam filtrat. Variasi Larutan pendestruksi yang digunakan pada penelitian ini yaitu asam nitrat pekat, asam klorida, dan hidrogen peroksida dengan  $\text{HNO}_3:\text{HCl}$  (1:3) dan  $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}_2$  (3:1). Tujuan variasi komposisi larutan tersebut untuk mengetahui komposisi terpilih dengan perolehan kadar logam tertinggi pada sampel berdasarkan komposisi larutan pendestruksi. Adapun hasil kadar timbal dalam variasi larutan pendestruksi dapat dilihat pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3. Grafik Kadar Timbal dalam Variasi Larutan Pendestruksi

Destruksi basah yang dilakukan menggunakan variasi campuran asam dari  $\text{HNO}_3:\text{HCl}$ . Campuran ini mempunyai kemampuan yang sangat tinggi sebagai agen pengoksidasi karena adanya agen aktif nitrosil klorida dan klorin sebagai hasil reaksi antara  $\text{HNO}_3$  pekat dan  $\text{HCl}$  pekat. Daya oksidasi yang dihasilkan oleh

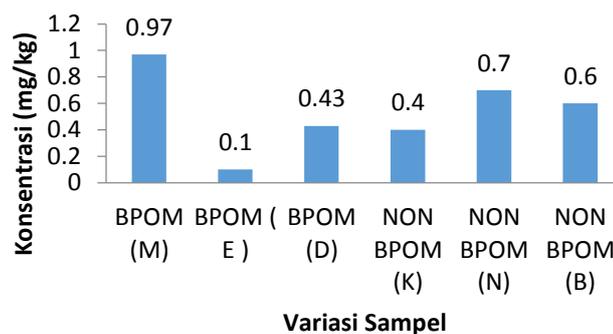
akuaregia ini sangat tinggi sehingga dapat melarutkan hampir semua logam termasuk logam-logam mulia, seperti Au, Pt, dan Pd. Kombinasi campuran dari asam-asam kuat ini banyak digunakan dalam mendekomposisi padatan anorganik dan dapat memberikan dekomposisi sempurna, serta tidak menimbulkan interferensi pada saat penentuan kandungan logam berat secara spektrofotometri serapan atom, sehingga hasil yang akan diperoleh akurat (Trisunaryanti et al, 2002). Reaksi yang terjadi sebagai berikut:



Logam timbal yang berikatan dengan matriks organik akan mengalami reaksi reduksi-oksidasi. HNO<sub>3</sub> sebagai oksidator akan mengalami reduksi dengan perubahan bilangan oksidasi +5 menjadi +2. Begitu juga dengan HCl yang bersifat oksidator mengalami reduksi dengan perubahan bilangan oksidasi -1 menjadi -2. Sedangkan logam Pb akan mengalami oksidasi menjadi bentuk garamnya yang bermuatan +4. HNO<sub>3</sub> yang menghasilkan gas NO akan meningkatkan tekanan dalam proses destruksi, sehingga logam Pb akan mengalami dekomposisi dari senyawa organik dalam sampel membentuk PbCl<sub>4</sub> yang larut dalam air dan larutan yang dihasilkan menjadi jernih.

#### **4.5 Analisis Logam Timbal dalam Sampel *Eyeliner***

Hasil dari penentuan zat pengoksidasi terpilih yaitu HNO<sub>3</sub>:HCl (1:3) dengan suhu 130°C dan waktu destruksi selama 3 jam menggunakan destruksi kjeldahl. Adapun sampel yang diambil terdiri dari 3 sampel yang terdaftar BPOM dan 3 sampel yang tidak terdaftar BPOM dengan pengulangan tiga kali menghasilkan kadar timbal yang ditampilkan pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Grafik Kadar Rata-rata Timbal dalam Variasi Sampel *Eyeliners*

Berdasarkan data yang diperoleh, diketahui bahwa tidak semua sampel mengandung timbal dibawah ambang batas yang telah ditetapkan pemerintah. Batas kandungan timbal pada kosmetik sesuai dengan Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor 17 Tahun 2014 tidak lebih dari 20 mg/kg. Hal ini tentunya masih dalam batas aman digunakan oleh konsumen.

Hasil dari sampel yang terdaftar BPOM (M) memiliki kadar yang lebih tinggi dari sampel yang lainnya. Larutan hasil destruksi dari merk (M) lebih pekat dikarenakan bahan-bahan dalam sampel merk (M) lebih mudah terdestruksi dan larut dalam pelarutnya sehingga warnanya lebih pekat. Dan untuk sampel yang tidak terdaftar BPOM (N) memiliki kadar tertinggi dari sampel yang tidak terdaftar BPOM. Untuk kadar terendah pada sampel BPOM (E) dengan kadar rata-rata 0,1 mg/kg.

Seharusnya produk yang memiliki izin produksi BPOM tidak banyak menggunakan logam berat pada produksinya. Kadar yang tinggi ini dimungkinkan adanya kerusakan dari bahan-bahan yang digunakan atau kontaminasi.

Kontaminasi ini dapat berasal dari lingkungan yang masuk dalam bahan dasar yang digunakan atau dikarenakan kontaminasi saat proses produksi pada alat-alat yang digunakan saat proses pembuatan *eyeliner* terbuat dari logam.

Kadar timbal yang terkandung dalam sampel *eyeliner* yang terdaftar BPOM masih dinyatakan aman dalam penggunaan. Cemaran timbal yang terdapat dalam sampel *eyeliner* ber-BPOM yang diteliti diduga berasal dari proses produksi dan dari bahan baku yang tercemar logam berat timbal. Menurut Ayenimo (2010), kurangnya pengawasan saat proses pembuatan menyebabkan perusahaan tersebut tidak menyadari bahwa produknya telah terkontaminasi dengan logam-logam berbahaya. Kontaminasi ini dapat masuk ke produk kosmetik ketika bahan-bahan dasar yang digunakan memiliki kualitas yang rendah. Selain itu, logam-logam tersebut juga dapat berasal dari satu atau lebih bahan-bahan anorganik dasar yang digunakan. Pihak pembuat produk seharusnya lebih teliti dalam mengawasi dan melakukan uji terlebih dahulu bahan-bahan dasar yang digunakan mengandung logam berbahaya atau tidak sebelum produk tersebut dibuat sampai tahap akhir pembuatan agar mengetahui asal dari kontaminasinya.

#### **4.6 Hikmah Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) pada *Eyeliner* dalam Prespektif Islam**

Berhias dengan *eyeliner* sudah tidak asing lagi bagi kaum perempuan. Kegunaannya sehari-hari untuk memperindah mata sehingga kosmetik ini tidak lepas pemakaiannya oleh perempuan. Hukum berhias sendiri adalah diperbolehkan. Allah berfirman dalam surat al-A'raf ayat 32 yang berbunyi:

قُلْ مَنْ حَرَّمَ زِينَةَ اللَّهِ الَّتِي أَخْرَجَ لِعِبَادِهِ وَالطَّيِّبَاتِ مِنَ الرِّزْقِ قُلْ هِيَ لِلَّذِينَ ءَامَنُوا فِي الْحَيَاةِ الدُّنْيَا خَالِصَةٌ يَوْمَ الْقِيَامَةِ كَذَلِكَ نَفَصَلُ الْآيَاتِ لِقَوْمٍ يَعْلَمُونَ

*“Katakanlah: Siapakah yang mengharamkan perhiasan dari Allah yang telah dikeluarkan-Nya untuk hamba-hamba-Nya dan (siapa pulakah yang mengharamkan) rezeki yang baik? Katakanlah: semuanya itu (disediakan) bagi orang-orang yang beriman dalam kehidupan dunia, khusus (untuk mereka saja) dihari kiamat. Demikianlah Kami menjelaskan ayat-ayat itu bagi orang-orang yang mengetahui”.*

Shiddiqi (2000) menafsirkan ayat tersebut bahwa Allah tidak mengharamkan hiasan dan rezeki yang baik, kecuali jika keduanya menghalangi kesempurnaan roh dan kesempurnaan budi. Menurut beliau agama juga tidak menyetujui pendapat yang menetapkan bahwa jalan mendekati diri kepada Allah haruslah ditempuh dengan menjauhkan diri dari hiasan dan makanan-makanan yang baik. Ayat tersebut merupakan nash qur’ani yang menerangkan bahwa seorang muslim dan muslimah diperbolehkan untuk bersenang-senang dengan menggunakan segala bentuk hiasan. Sebagaimana Allah SWT. menunjukkan bahwa hukum asal segala makanan, pakaian, perhiasan adalah mubah. Sehingga dapat disimpulkan bahwa hukum asal wanita yang berhias dengan menggunakan hiasan apapun dan dengan sifat apapun adalah diperbolehkan (mubah).

Tafsir lain, dari Tafsir Ibnu Katsir (2006) menafsirkan bahwa firman Allah SWT dalam surat al A’raf (7): 32 tersebut sebagai bantahan terhadap orang-orang yang mengharamkan beberapa makanan, minuman atau perhiasan berdasarkan

pendapat diri mereka sendiri bukan berdasarkan syari'at Allah SWT. Semua perhiasan itu telah diciptakan bagi orang-orang yang beriman dan beribadah kepada Allah SWT dalam kehidupan di dunia.

Berhias diperbolehkan dalam agama Islam namun tidak boleh berlebihan sehingga pusat perhatiannya terpusat kepada hal tersebut dan melupakan kemaslahatan-kemaslahatan yang lebih penting bagi dunia dan agamanya. Allah SWT. berfirman dalam surat al Ahzab ayat 33:

وَقَرْنَ فِي بُيُوتِكُنَّ وَلَا تَبَرَّجْنَ تَبَرُّجَ الْجَاهِلِيَّةِ الْأُولَىٰ وَأَقِمْنَ الصَّلَاةَ وَآتَيْنَ الزَّكَاةَ وَأَطِعْنَ اللَّهَ وَرَسُولَهُ إِنَّمَا يُرِيدُ اللَّهُ لِيُذْهِبَ عَنْكُمُ الرِّجْسَ أَهْلَ الْبَيْتِ وَيُطَهِّرَكُمْ تَطْهِيرًا

*“Dan hendaklah kamu tetap di rumahmu dan janganlah kamu berhias dan bertingkah laku seperti orang-orang Jahiliyah yang dahulu dan dirikanlah shalat, tunaikanlah zakat dan taatilah Allah dan Rasul-Nya. Sesungguhnya Allah bermaksud hendak menghilangkan dosa dari kamu, hai ahlul bait dan membersihkan kamu sebersih-bersihnya”.*

Ayat di atas menjelaskan bahwa terdapat batasan yang sangat jelas bahwa perempuan jangan berhias dan bertingkah laku seperti orang-orang jahiliyah yang terdahulu. Sikap berlebih-lebihan merupakan sikap yang tidak disukai oleh Allah SWT.

*Eyelin*er merupakan salah satu kosmetik yang diduga mengandung bahan berbahaya. Bahan berbahaya tersebut diantaranya adalah logam berat timbal. Logam berat timbal dalam *eyelin*er disebabkan beberapa faktor, yaitu bahan dasar pembuatan kosmetik secara alami mengandung Pb <10 ppm. Selain itu, cemaran

timbangan dapat diperoleh pada saat proses produksi atau peralatan yang digunakan. Seorang muslim yang berakal tentunya dapat memilih produk kosmetik yang sesuai dengan aturan yaitu yang telah berstandar dan tidak mempunyai dampak negatif yang besar bagi kesehatannya.

Segala sesuatu yang diciptakan oleh Allah dimuka bumi ini terdapat manfaatnya masing-masing. Seperti pada logam berat memberikan beberapa manfaat diantaranya dalam industri kimia, logam berat memiliki fungsi dan manfaat yang tidak kalah penting, yaitu sebagai bahan antara pembuatan pigmen dan penstabil plastik. Logam berat juga digunakan sebagai bahan pembuatan cat, fungisida, keramik, gelas, dan kertas dinding. Firman Allah pada surat Al-Baqarah ayat 29:

هُوَ الَّذِي خَلَقَ لَكُمْ مَّا فِي الْأَرْضِ جَمِيعًا ثُمَّ أَسْتَوَىٰ إِلَى السَّمَاءِ فَسَوَّاهُنَّ سَبْعَ سَمَاوَاتٍ وَهُوَ بِكُلِّ شَيْءٍ عَلِيمٌ

*“Dia (Allah) yang menciptakan segala apa yang ada di bumi untuk kalian, kemudian Dia menuju langit, lalu menyempurnakannya menjadi tujuh lapis langit. Dia maha mengetahui atas segala sesuatu.”*

Tafsir Jalalain menyebutkan, (Dia [Allah] yang menciptakan segala apa yang ada di bumi) seisinya (untuk kalian) ambil manfaat dan ambil pelajaran darinya. (Kemudian) setelah menciptakan bumi, (Dia menuju) bermaksud pada (langit, lalu menyempurnakannya) memutuskan langit (menjadi tujuh lapis langit. Dia maha mengetahui atas segala sesuatu) baik secara umum maupun secara rinci. Apakah manusia, kata Tafsir Jalalain, tidak mengambil pelajaran bahwa Zat yang kuasa menciptakan alam semesta pada awalnya juga kuasa untuk menciptakan kembali mereka. Dialah Allah, Zat yang lebih agung daripada mereka.

Seorang produsen yang baik juga akan memilih bahan-bahan yang baik dan tidak merugikan konsumennya. Allah SWT berfirman dalam surat Al Baqarah:169:

إِنَّمَا يَأْمُرُكُم بِالسُّوْءِ وَالْفَحْشَاءِ وَأَنْ تَقُولُوا عَلَى اللَّهِ مَا لَا تَعْلَمُونَ

*”Sesungguhnya syaitan itu hanya menyuruh kamu berbuat jahat dan keji, dan mengatakan terhadap Allah apa yang tidak kamu ketahui”.*

Ibnu Katsir (2000) menafsirkan bahwa sesungguhnya syaitan adalah musuh kalian yang hanya memerintahkan kalian kepada perbuatan-perbuatan yang jahat dan perbuatan-perbuatan dosa besar, seperti zina dan lain-lainnya dan yang paling parah diantaranya adalah mengatakan hal-hal yang tanpa didasari pengetahuan dan setiap perbuatan madharat. Sesuai hadis yang diriwayatkan oleh Ibnu Majah dan Malik:

عَنْ أَبِي سَعِيدٍ سَعْدِ بْنِ مَالِكِ بْنِ سِنَانَِ الْخُدْرِيِّ رَضِيَ اللَّهُ عَنْهُ أَنَّ رَسُولَ اللَّهِ صَلَّى اللَّهُ عَلَيْهِ وَسَلَّمَ قَالَ: «لَا ضَرَرَ وَلَا ضِرَارَ» حَدِيثٌ حَسَنٌ

*“Dari Abu Sa’id Sa’ad bin Malik bin Sinan Al-Khudri radhiyallahu ‘anhu bahwa Rasulullah shallallahu ‘alaihi wa sallam bersabda, “Tidak boleh memberikan mudarat tanpa disengaja atau pun disengaja.” (Hadits Hasan)*

Hikmah yang dapat diambil dari ayat tersebut adalah untuk tidak menggunakan bahan berbahaya seperti logam berat secara berlebih sebagai bahan dasar pembuatan kosmetik karena hal tersebut merupakan salah satu langkah syaitan untuk menggoda manusia dan dapat membahayakan orang lain. Sesuatu

yang dilakukan atas dasar kebaikan juga akan memberikan rezeki yang baik bagi pelakunya, dalam hal ini adalah bagi produsen. Sehingga adanya penelitian ini memberikan informasi kepada orang lain bahwa masih terdapat produk kosmetik *eyeliner* yang kadar logam berat timbalnya diatas batas maksimum.

## BAB V

### PENUTUP

#### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. Variasi suhu dan waktu terpilih destruksi menggunakan kjeldal untuk analisis logam timbal (Pb) pada *eyeliner* adalah suhu 130°C dan waktu selama 3 jam.
2. Variasi komposisi zat pendestruksi terpilih menggunakan metode destruksi kjeldahl untuk analisis logam timbal (Pb) pada *eyeliner* adalah larutan HNO<sub>3</sub> + HCl (1:3).
3. Kadar logam timbal (Pb) dalam *eyeliner* pada masing-masing sampel terdaftar BPOM dengan merk M, E, dan D sebesar 0,97 mg/kg, 0,1 mg/kg, dan 0,43 mg/kg. sedangkan kadar timbal (Pb) dalam *eyeliner* yang tidak terdaftar BPOM dengan merk K, N, dan B sebesar 0,4 mg/kg, 0,7 mg/kg, dan 0,6 mg/kg. Kadar logam timbal (Pb) yang terkandung tidak melebihi ambang batas yang telah ditetapkan.
4. Hasil validasi kurva baku logam timbal (Pb) berdasarkan beberapa parameter adalah linieritas dengan nilai koefisien korelasi ( $r$ ) = 0,9925, nilai batas deteksi sebesar 0,1792 mg/L, dan batas kuantisasi sebesar 0,5970 mg/L.

## 5.2 Saran

Adapun saran untuk penelitian selanjutnya agar dapat mengembangkan penelitian ini adalah:

1. Perlu adanya variasi suhu dan waktu destruksi lanjutan untuk mengetahui kemampuan optimum dari variasi tersebut dalam proses destruksi menggunakan kjeldahl.
2. Perlu ditambah variasi komposisi larutan pendestruksi menggunakan kjeldahl untuk mengetahui hasil yang optimum pada proses destruksi.
3. Perlu dilakukan destruksi gabungan yaitu destruksi kering terlebih dahulu sebelum proses destruksi basah terutama pada sampel-sampel karbon.
4. Perlu dilakukan analisis timbal pada variasi merk yang lain menggunakan metode destruksi kjeldahl.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M. 2007. *Tafsir Ibnu Katsir Jilid 5*. Bogor: Pustaka Imam Asy-Syafi'i.
- Apriyanto, A. 1989. *Analisis Pangan*. Bogor: Departemen Pendidikan dan Kebudayaan
- Ardyanto, Denny. 2005. Deteksi Pencemaran Timah Hitam (Pb) Dalam Darah Masyarakat Yang Terpajan Timbal (Plumbum). *Jurnal Kesehatan Lingkungan*. Universitas Airlangga. (2):67-76
- Boybul dan Iis, Haryati. 2009. *Analisis Unsur Pengotor Fe, Cr, dan Ni dalam Larutan Uranil Nitrat Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom*. Sdm Teknologi Nuklir. ISSN 1978-0176.
- B POM RI. 2014. Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat Dan Makanan Republik Indonesia Nomor 17 Tahun 2014 Tentang Persyaratan Cemar Mikroba Dan Logam Berat Dalam Kosmetika. Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta.
- Brass, G. M. Dan Strauss, W. 1981. *Air Pollution Control*. New York: John Willey & Sons.
- Broekaert, J. A. C. 2002. *Analytical Atomic Spectrometry with Flames and Plasmas*. Germany: Wiley-VCH
- Brown, Bobbi. 2008. *Makeup Manual*. Headline Publishing Group. United State
- Bucksci, 2021. [Buck Scientific Instrument Manufacturing Company](#) AAS - Ir - Uv / Vis - GC- HPLC Instruments & Accessories. Seluruh Hak Cipta. Desain Web oleh [Nihle](#).
- Campaign for Safe Cosmetics. (2009). A report on Heavy metals in face paints. Available at: <http://www.safecosmetics.org>. (Accessed 6-5-2012).
- Darmono. 1995. *Logam dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup*. Jakarta: UI-Press
- Day, JR, R. A., Underwood, A. L. 1989. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta: Erlangga
- Demirel,S.,Tuzen,M.,Saracoglu,S.,Soylak,M.2008. Evaluation of Various Digestion Procedures for Trace Element Contents of Some Food Materials. *Journal of Hazardous Materials*. 152. 1020–1026. DOI:10.1016/j.jhazmat.2007.07.077.

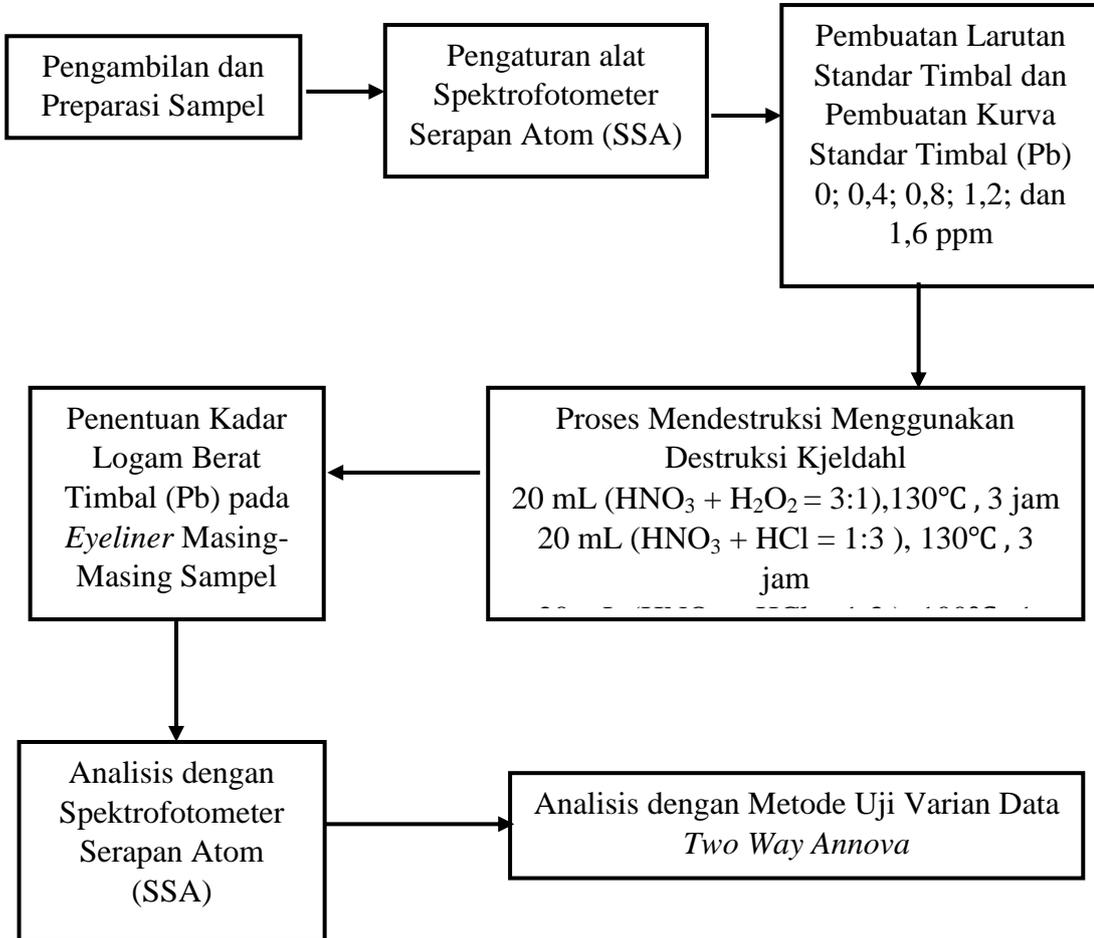
- Depkes, 2001. *Kerangka Acuan Uji Petik Kadar Timbal (Pb) Pada Spesimen Darah Kelompok Masyarakat Berisiko Tinggi Pencemaran Timbal*. Jakarta: Departemen Kesehatan RI.
- Dewi, Diana Candra, Begum Fauziyah, Arief Suryadinata, Dewi Annisa, Dan Nurul Afifah. 2013. Optimasi Metode Penentuan Kadar Logam Tembaga Dan Timbal Dalam Gula Pasir Secara Spektrofotometri Serapan Atom Dengan Destruksi Microwave Digestion. *Jurnal Alchemy*, Vol. 2 No. 2 Maret 2013, Hal. 118 – 125
- Diniz, G.S., Barbarino, E., Neto, J.O., Pacheco, S., & Lourenco, S.O. (2013). Gross Cheical Profile and Calculation of Nitrogen to Protein Conversion Factors For Nine Species of Fishes From Coast Waters of Brazil. *J.Aquat.R.*, 41, (2), 254-264
- Faruruwa, Muhammad D., Stephen P. Bartholomew. 2014. Study Of Heavy Metals Content In Facial Cosmetics Obtained From Open Markets And Superstores Within Kaduna Metropolis, Nigeria. *American Journal of Chemistry and Application*. Vol. 1, No. 2, 2014, Pp. 27-33.
- Fernier, D.J. 2001. Assessment of Some Heavy Metals In Facial Cosmetic Products. *Emed Journal*. 2 (5): 1-7.
- Foss Tecator Line Digestion System. 2014. Tecator Line Digestion System. Denmark.
- Gandjar, G.H. dan Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Ganiswara. 1995. *Farmakologi dan Terapan Edisi I*. Jakarta: Farmakologi Fakultas Kedokteran Universitas Jakarta.
- Heep, N.M., Mindak, W.R. Dan Cheng, J. 2009. Determination of Total Lead in Lipstick: Development and Validation of a Microwave-Assisted Digestion, Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrofometric Method. *Journal Cosmetic Sci.*, 60, 405-414.
- Hermin, Vivi. 2016. Liquid Eyeliner. Online. Diakses pada tanggal 22 Desember 2020 DOI: <https://Journal.Sociolla.Com/Bjglossary/Liquid-Eyeliner/>.
- Hidayat, Y. S. 2016. Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Coklat Batang Menggunakan Variasi Metode Destruksi dan Zat Pengoksidasi Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Uin Malang.
- Horwitz, W. Alan, S., Helen, R., Douglas, Lp. 1975. Official Methods of Analysis Iran. *Journal of Enviromental and Public Health*, Article 962727.
- Jaya, Farida, Guntarti, A., Kamal, Zainul. 2013. Determiration of Pb Levels in Various Shampoo Brands By Atomic Adsorption Spectrophotometry.

- Khopkar, S.M., Dan Underwood, A.L. 2010. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta: Erlangga.
- Kristianingrum, S. (2012). Kajian Berbagai Proses Destruksi Sampel dan Efeknya. *Prosiding Seminar Nasional Penelitian*. Pendidikan dan Penerapan MIPA. Universitas Negeri Yogyakarta.
- Magomya, A.M., Kubmarawa, D., Ndahi.J.A.,&Yebpella. G.G. (2014). Determination of Plant Protein Via The Kjeldahl Method and Amino Acid Analysis: A Comparative Study. *International Journal of Scientific & Technology Research*, 3 (Issue 4), ISSN 2277-8616
- Mitsui, T. 1993. *New Cosmetic Science*. Amsterdam: Elsevier Science.
- Muhammad , Faruruwa, D., Stephen P. Bartholomew. 2014. Study Of Heavy Metals Content In Facial Cosmetics Obtained From Open Markets And Superstores Within Kaduna Metropolis, Nigeria. *American Journal of Chemistry and Application*. Vol. 1, No. 2, 2014, Pp. 27-33.
- Muliyawan, Dewi, Suriana, Neti. 2013. *A-Z Tentang Kosmetik*. Jakarta: PT Elex Media Komputerindo.
- Mulyani, O. 2007. Studi Perbandingan Cara Destruksi Basah Pada Beberapa Sampel Tanah Asal Aliran Sungai Citarum Dengan Metode Konvensional dan Bomb Teflon. *Tesis*. Bandung: ITB
- Mukono, H.J. 2002. *Pencemaran Udara dan Pengaruhnya*
- Nourmoradi, N, Forogi, M, Farhadkhani, M., and Vahid, D, M. 2013. Assesment of Lead and Cadmium Levels in Frequently Used Cosmetic Products in of the AOAC, 12th Edition. *AOAC*, Washington Dc.
- Novebry, Uray Dhiendy, Pratiwi Apridamayanti Dan Rise Desnita. 2015. Analisis Logam Timbal Dalam Eye-Liner Pencil Yang Beredar Di Kota Pontianak Dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom. *Jurnal Cerebellum. Pontianak* Vol 1, No 1
- Palar, H. 1994. *Pencemaran Dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta: Rineka Cipta.
- Philip, Joseph Yoeza N, Silvia John, Othman Chande Othman, 2018. Levels Of Heavy Metals In Selected Facial Cosmetics Marketed In Dar Es Salaam, Tanzania. Collage of Natural and Applied Science, University of Dar as Salaam, *Tanzania Journal of Science*, 44(2): 81-88, 2018 ISSN 0856-1761, e-ISSN 2507-7961
- Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar
- Rowe, P.J. 2009. *Handbook of Pharmaceutical Excipient*. USA: The Pharmaceutical Press.
- Sastrohamidjojo, H. 2001. *Spektroskopi*. Yogyakarta: Liberty

- Shiddieqy, T. 2000. Tafsir Al Quranul Majid AnNuur. Semarang: PT. Pustaka
- Subakti, Tiara Sari, 2017. Analisis Kadar Timbal (Pb) Dan Kadmium (Cd) Pada Beberapa Eyeliner Yang Beredar Di Pasar Kota Medan Secara Spektrofotometri Serapan Atom. *Skripsi*. Program Studi Ekstensi Sarjana Farmasi Fakultas Farmasi Universitas Sumatera Utar. Medan.
- Sumar, H., Kadarohman, A., Sumarna, A. A., Supriatna, A. 1994. *Kimia Analitik Instrumen Edisi ke Satu*. Semarang: IKIP.
- Sumardi. 1980. Metode Destruksi Contoh Secara Kering Dalam Analisis Unsur-Unsur Fe, Cu, Mn, dan Zn dalam Contoh-Contoh Biologis. Prosding Seminar Nasional Metode Analisis Lembaga Kimia Nasional. Jakarta: LIPI.
- Trisunaryanti, W., Mudasir, S. Saroh. 2002. Studi Pengaruh Matriks Pada Analisis Ni Dan Pd Secara Aas Dalam Destruat Katalis Hidrorengkah Menggunakan Akua Regia dan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. *Indonesian Journal of Chemistry*, (3): 177-185
- Wahidin. 2009. Analisis Zat Besi Dari Susu Sapi Murni Dan Minuman Susu Formula Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). *Tesis*. Diterbitkan Medan:
- Wasitaatmadja, S. M. 1997. *Penuntun Ilmu Kosmetik Medik*. Jakarta: Universitas Indonesia
- Widowati, H. 2008. Pengaruh Kadar Logam Cd, Pb Terhadap Perubahan Warna Batang dan Daun Sayuran. *Jurnal El Hayah*.1 (4):167-173.
- Winanti, Tri. 2011. *Kosmetik Dekoratif*. Online, ([http://www.scribd.com/doc/54247108/ Kosmetik-Dekoratif](http://www.scribd.com/doc/54247108/Kosmetik-Dekoratif)), diakses 23 November 2020

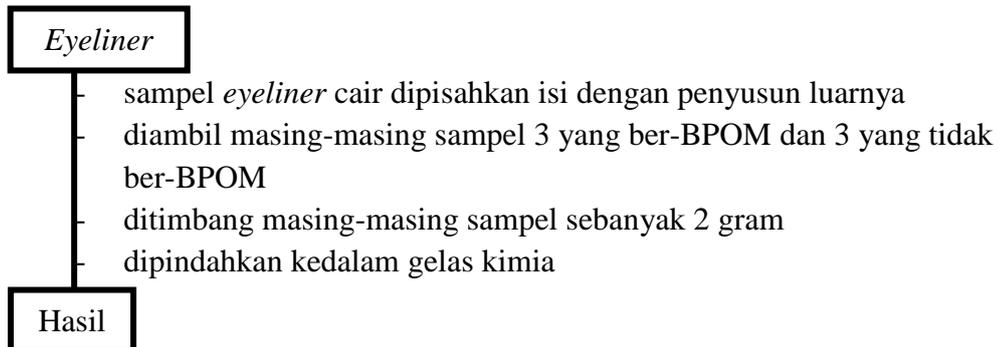
## LAMPIRAN

### Lampiran 1. Rancangan Penelitian

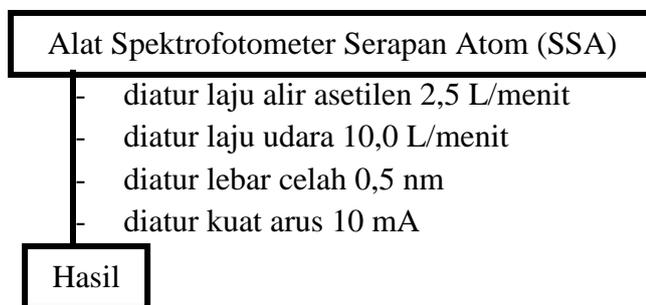


## Lampiran 2. Diagram Alir

### 1. Pengambilan dan Preparasi Sampel

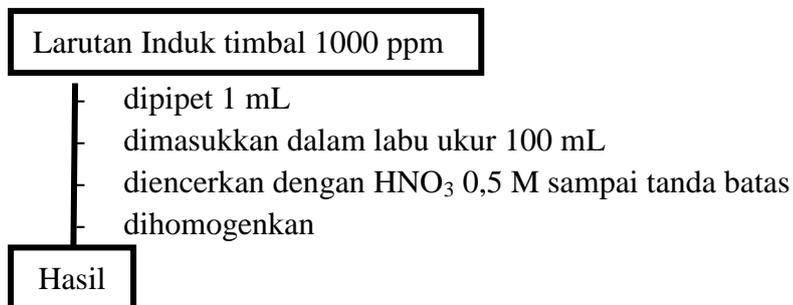


### 2. Pengaturan alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)



### 3. Pembuatan Larutan Standar Timbal (Pb)

#### a. Pembuatan Larutan Standar Timbal 10 ppm



**b. Pembuatan Larutan Standar Timbal 0; 0,4; 0,8; 1,2; dan 1,6 ppm**

Larutan standar 10 ppm

dipipet 0 mL, 2 mL, 4 mL, 6 mL, dan 8 mL  
dimasukkan dalam labu ukur 50 mL  
diencerkan dengan HNO<sub>3</sub> 0,5 M sampai tanda batas  
dihomogenkan

Hasil

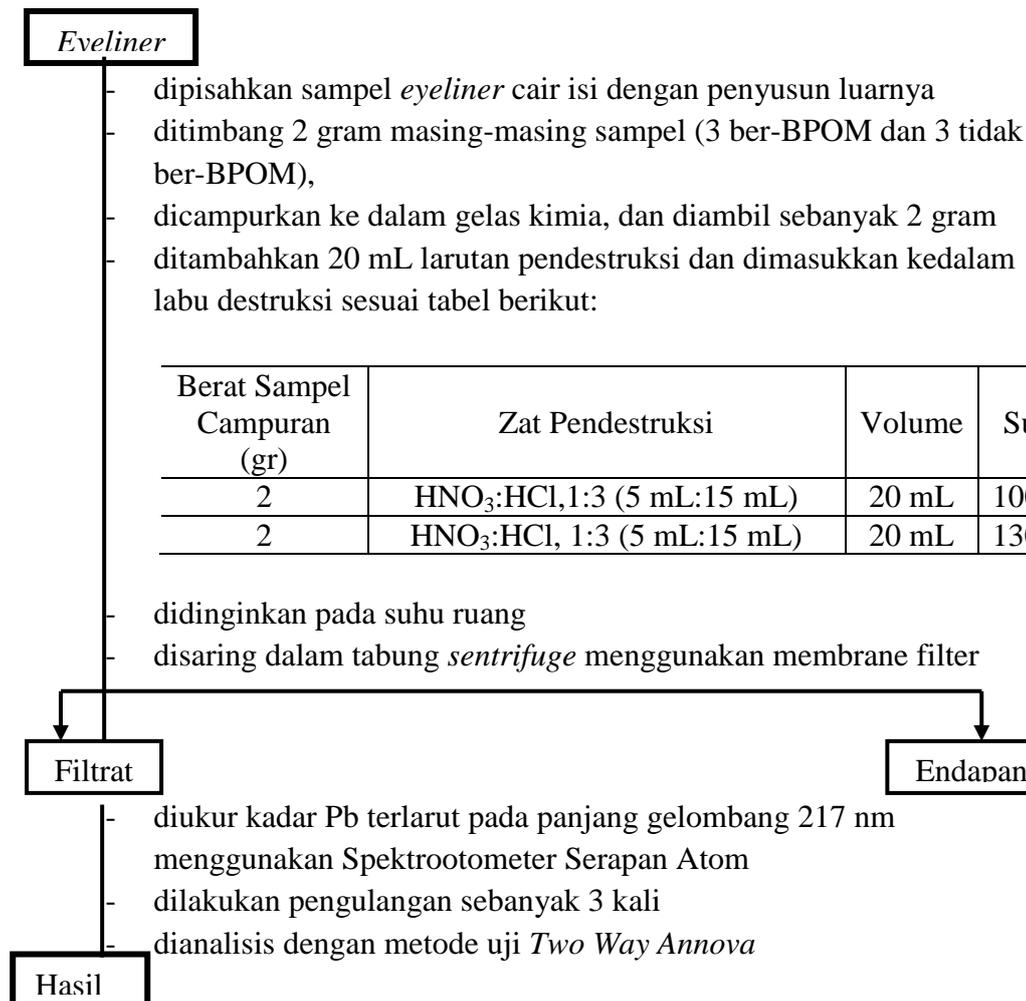
**4. Pembuatan Kurva Baku Timbal**

Larutan standar timbal 0; 0,4;  
0,8; 1,2; dan 1,6 ppm

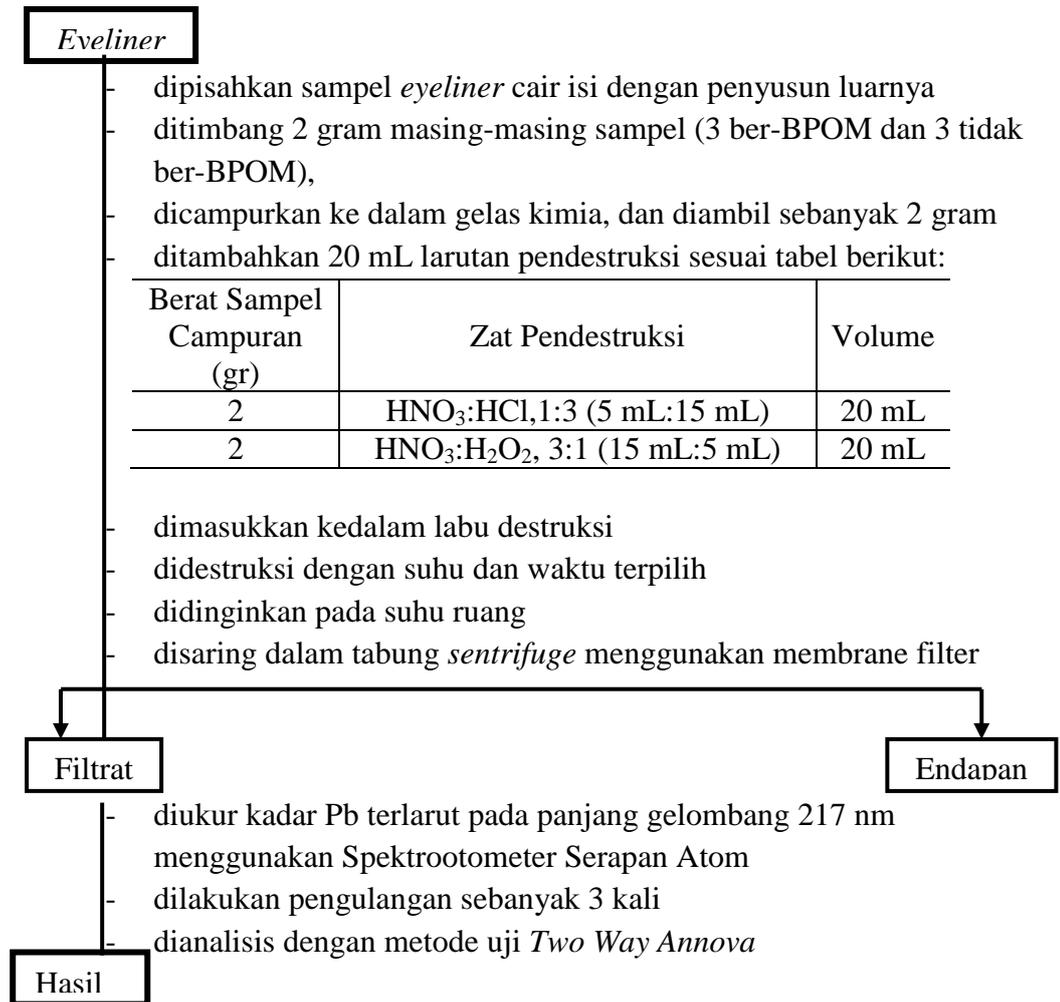
diukur masing-masing asorbansi dengan Spektrofotometer Serapan  
Atom (SSA)

Hasil

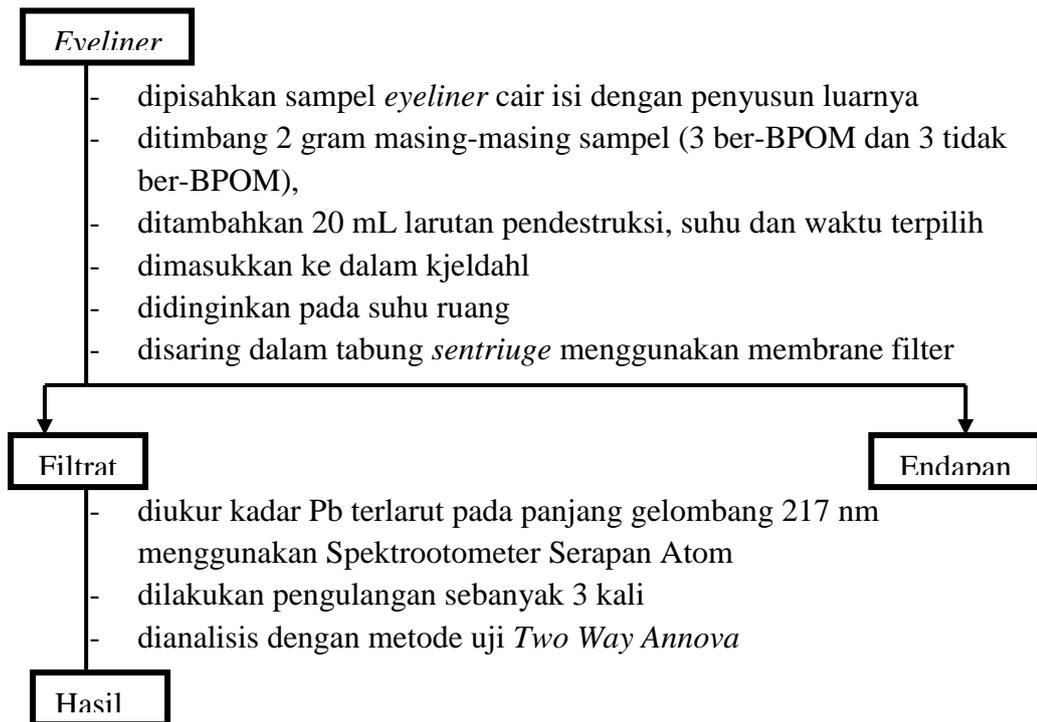
## 5. Penentuan Suhu dan Waktu Destruksi Terpilih



## 5. Penentuan Larutan Pendestruksi Terpilih



## 8. Penentuan Kadar Timbal (Pb) pada Sampel *Eyelinier*



### Lampiran 3. Perhitungan

#### 1. Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb)

Pembuatan Larutan Stok 1000 mg/L  $\text{Pb}^{2+}$  dalam persenyawaan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$

$\text{Mr Pb}(\text{NO}_3)_2 = 331 \text{ g/mol}$

$\text{Ar Pb} = 207 \text{ g/mol}$

$$\begin{aligned} \text{Berat} &= \frac{\text{Mr Pb}(\text{NO}_3)_2 \times 1000 \text{ mg}}{\text{Ar Pb}} \\ &= \frac{331 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 1000 \text{ mg}}{207 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} \\ &= 1599 \text{ mg} \\ &= 1,599 \text{ g} \end{aligned}$$

a. Pembuatan larutan standar 1000 mg/L menjadi 10 mg/L

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 1000 \text{ mg/L} \times V_1 &= 10 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL} \\ V_1 &= \frac{100 \text{ mL} \times 10 \text{ mg/L}}{1000 \text{ mg/L}} \\ V_1 &= 1 \text{ mL} \end{aligned}$$

Sehingga larutan standar 10 mg/L dibuat dengan cara dipipet 1 mL larutan standar 1000 mg/L ke dalam labu takar 100 mL, kemudian ditandabatkan dengan  $\text{HNO}_3$  0,5 M sampai tanda batas.

b. Pembuatan larutan standar 0 mg/L

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 10 \text{ mg/L} \times V_1 &= 0 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\ V_1 &= \frac{50 \text{ mL} \times 0 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}} \\ V_1 &= 0 \text{ mL} \end{aligned}$$

Sehingga larutan standar 0 mg/L dibuat dengan cara dipipet 0 mL larutan standar 10 mg/L ke dalam labu takar 50 mL, kemudian ditandabatkan dengan  $\text{HNO}_3$  0,5 M sampai tanda batas.

c. Pembuatan larutan standar 0,4 mg/L

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 10 \text{ mg/L} \times V_1 &= 0,4 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\ V_1 &= \frac{50 \text{ mL} \times 0,4 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}} \\ V_1 &= 2 \text{ mL} \end{aligned}$$

Sehingga larutan standar 0,4 mg/L dibuat dengan cara dipipet 2 mL larutan standar 10 mg/L ke dalam labu takar 50 mL, kemudian ditandabatkan dengan  $\text{HNO}_3$  0,5 M sampai tanda batas.

d. Pembuatan larutan standar 0,8 mg/L

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 10 \text{ mg/L} \times V_1 &= 0,8 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\ V_1 &= \frac{50 \text{ mL} \times 0,8 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}} \\ V_1 &= 4 \text{ mL} \end{aligned}$$

Sehingga larutan standar 0,8 mg/L dibuat dengan cara dipipet 4 mL larutan standar 10 mg/L ke dalam labu takar 50 mL, kemudian ditandabatkan dengan  $\text{HNO}_3$  0,5 M sampai tanda batas.

e. Pembuatan larutan standar 1,2 mg/L

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 1,2 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 1,2 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 6 \text{ mL}$$

Sehingga larutan standar 1,2 mg/L dibuat dengan cara dipipet 6 mL larutan standar 10 mg/L ke dalam labu takar 50 mL, kemudian ditandabatkan dengan HNO<sub>3</sub> 0,5 M sampai tanda batas.

f. Pembuatan larutan standar 1,6 mg/L

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 1,6 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 1,6 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 8 \text{ mL}$$

Sehingga larutan standar 1,6 mg/L dibuat dengan cara dipipet 8 mL larutan standar 10 mg/L ke dalam labu takar 50 mL, kemudian ditandabatkan dengan HNO<sub>3</sub> 0,5 M sampai tanda batas.

## 2. Pembuatan HNO<sub>3</sub> 0,5 M

Diketahui :  $\rho \text{ HNO}_3 \text{ 65\%} = 1,39 \text{ gr/cm}^3 = 1,39 \text{ gr/mL}$

Mr HNO<sub>3</sub> = 63 gr/mol

$$M = \frac{\rho \times 10 \times \%}{\text{Mr}}$$

$$M = \frac{1,390 \times 10 \times 65}{63 \text{ gr/mol}}$$

$$M = 14,34 \text{ M}$$

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

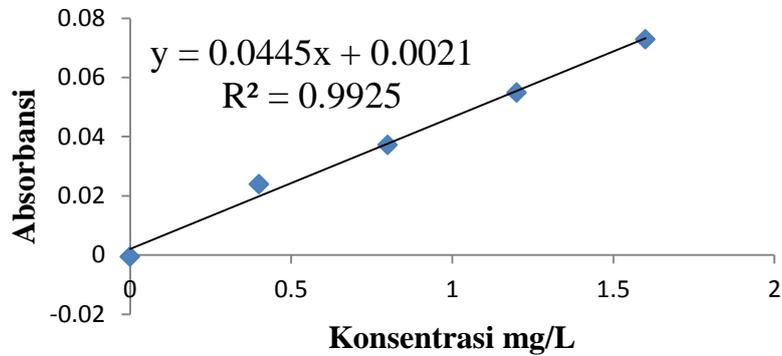
$$V_1 \times 14,34 \text{ M} = 1000 \text{ mL} \times 0,5 \text{ M}$$

$$V_1 = \frac{1000 \text{ mL} \times 0,5 \text{ M}}{14,34 \text{ M}}$$

$$V_1 = 34,87 \text{ mL}$$

## Lampiran 4. Hasil Uji Kurva Standar

### 1. Hasil Uji Kurva Standar



- Linieritas Kurva standar sebesar 0,9925
- Sensitivitas nilai Slope (Kemiringan sebesar 0,0445)

### 2. Hasil Uji LOD dan LOQ

Sampel	Konsentrasi	y	$\hat{y}$	$(y-\hat{y})$	$(y-\hat{y})^2$
Blangko	0	0	0,0021	-0,0021	4,41E-06
Standard 1	0,4	0.0239	0,0199	0,004	16E-06
Standard 2	0,8	0.0372	0,0377	-0,0005	0,25E-06
Standard 3	1,2	0.0549	0,0555	-0,0006	0,36E-06
Standard 4	1,6	0.0729	0,0733	-0,0004	0,16E-06
Jumlah					21,18E-06
SD X/Y					0,002657
LOD					0,179236
LOQ					0,597079

$$\begin{aligned}
 \text{a. SD } x/y &= \sqrt{\sum(y - \hat{y})^2 : (n - 2)} \\
 &= \sqrt{21,18E - 06 : (5 - 2)} \\
 &= 0,002657
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{b. LOD} &= \frac{3 \times \text{SD } x/y}{\text{Slope}} \\
 &= \frac{3 \times 0,002657 \text{ mg/L}}{0.0445} \\
 &= 0,1792359551 \text{ mg/L}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{c. LOQ} &= \frac{10 \times \text{SD } x/y}{\text{Slope}} \\
 &= \frac{10 \times 0,002657 \text{ mg/L}}{0.0445} \\
 &= 0,597078652 \text{ mg/L}
 \end{aligned}$$

## Lampiran 5. Data Hasil Instrumen Larutan Sampel

### 1. Penentuan Suhu dan Waktu Destruksi Terpilih Metode Destruksi Kjeldahl Pada Sampel *Eyelinor*

Tabel 1. Kadar Timbal yang terbaca oleh Instrumen

Larutan Pendestruksi	m (kg)	Absorbansi	V (L)	B(SSA) (mg/L)
HNO <sub>3</sub> : HCl (1:3) Suhu 130° C, 3 Jam	0,002	0,0063	0,02	0,10
	0,002	0,0085	0,02	0,15
	0,002	0,0119	0,02	0,22
HNO <sub>3</sub> : HCl (1:3) Suhu 100° C, 1 Jam	0,002	0,0041	0,02	0,05
	0,002	0,0054	0,02	0,08
	0,002	0,0036	0,02	0,03

Tabel 2. Kadar Timbal yang Sebenarnya

Larutan Pendestruksi	Kadar yang Sebenarnya				Standar Deviasi
	Ulangan 1 (mg/kg)	Ulangan 2 (mg/kg)	Ulangan 3 (mg/kg)	Rata-rata (mg/kg)	
Suhu 130° C, 3 Jam	1,0	1,5	2,2	1,56	0,34801
Suhu 100° C, 1 Jam	0,5	0,8	0,3	0,53	0,14530

#### 1. HNO<sub>3</sub> : HCl (1:3) Suhu 130° C, 3 Jam

##### a. Ulangan 1

$$\begin{aligned} \text{Kadar sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,10 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,02 \text{ L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 1,0 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

##### b. Ulangan 2

$$\begin{aligned} \text{Kadar sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,15 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,02 \text{ L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 1,5 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

c. Ulangan 3

$$\begin{aligned} \text{Kadar sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,22 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,02 \text{ L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 2,2 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

2.  $\text{HNO}_3$  :  $\text{HCl}$  (1:3) Suhu  $100^\circ \text{C}$ , 1 Jam

a. Ulangan 1

$$\begin{aligned} \text{Kadar sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,05 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,02 \text{ L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 0,5 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

b. Ulangan 2

$$\begin{aligned} \text{Kadar sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,08 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,02 \text{ L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 0,8 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

c. Ulangan 3

$$\begin{aligned} \text{Kadar sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,03 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,02 \text{ L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 0,3 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

## 2. Penentuan Larutan Pendestruksi Terpilih Metode Destruksi Kjeldahl Pada Sampel *Eyelinier*

Tabel 1. Kadar Timbal yang terbaca oleh Instrumen

Larutan Pendestruksi	m (kg)	Absorbansi	V (L)	B(SSA) (mg/L)
HNO <sub>3</sub> : H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (3:1) Suhu 130° C, 3 Jam	0,002	0,0061	0,02	0,09
	0,002	0,0050	0,02	0,07
	0,002	0,0051	0,02	0,07
HNO <sub>3</sub> : HCl (1:3) Suhu 130° C, 3 Jam	0,002	0,0063	0,02	0,10
	0,002	0,0085	0,02	0,15
	0,002	0,0119	0,02	0,22

Tabel 2. Kadar Timbal yang Sebenarnya

Larutan Pendestruksi	Kadar yang Sebenarnya				Standar Deviasi
	Ulangan 1 (mg/kg)	Ulangan 2 (mg/kg)	Ulangan 3 (mg/kg)	Rata-rata (mg/kg)	
HNO <sub>3</sub> : H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (3:1) Suhu 130° C, 3 Jam	0,9	0,7	0,7	0,76	0,11547
HNO <sub>3</sub> : HCl (1:3) Suhu 130° C, 3 Jam	1,0	1,5	2,2	1,56	0,60277

1. HNO<sub>3</sub> : H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (3:1) Suhu 130° C, 3 Jam

a. Ulangan 1

$$\begin{aligned} \text{Kadar sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,09 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,02 \text{ L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 0,9 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

b. Ulangan 2

$$\begin{aligned} \text{Kadar sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,07 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,02 \text{ L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 0,7 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

c. Ulangan 3

$$\begin{aligned} \text{Kadar sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,07 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,02 \text{ L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 0,7 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

2.  $\text{HNO}_3$  :  $\text{HCl}$  (1:3) Suhu  $130^\circ \text{C}$ , 3 Jam

a. Ulangan 1

$$\begin{aligned} \text{Kadar sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,10 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,02 \text{ L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 1,0 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

b. Ulangan 2

$$\begin{aligned} \text{Kadar sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,15 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,02 \text{ L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 1,5 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

c. Ulangan 3

$$\begin{aligned} \text{Kadar sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,22 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,02 \text{ L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 2,2 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

### 3. Penentuan Kadar Timbal Pada Masing-masing Sampel *Eyelinier*

Tabel 1. Kadar Timbal yang terbaca oleh Instrumen

Nama Sampel	m (kg)	Absorbansi	V (L)	B(SSA) (mg/L)
BPOM (M)	0,002	0,0063	0,02	0,10
	0,002	0,0071	0,02	0,11
	0,002	0,0057	0,02	0,08
BPOM (E)	0,002	0,0026	0,02	0,01
	0,002	0,0023	0,02	0,01
	0,002	0,0027	0,02	0,01
BPOM (D)	0,002	0,0032	0,02	0,03
	0,002	0,0043	0,02	0,05
	0,002	0,0042	0,02	0,05
NON BPOM (K)	0,002	0,0019	0,02	0,05
	0,002	0,0024	0,02	0,04
	0,002	0,0026	0,02	0,03
NON BPOM (N)	0,002	0,0002	0,02	0,09
	0,002	0,0009	0,02	0,07
	0,002	0,0004	0,02	0,06
NON BPOM (B)	0,002	0,0024	0,02	0,08
	0,002	0,0022	0,02	0,04
	0,002	0,0024	0,02	0,05

Tabel 2. Kadar Timbal yang Sebenarnya

Nama Sampel	Kadar yang Sebenarnya			
	Ulangan 1 (mg/kg)	Ulangan 2 (mg/kg)	Ulangan 3 (mg/kg)	Rata-rata (mg/kg)
BPOM (M)	1,0	1,1	0,8	0,97
BPOM (E)	0,1	0,1	0,1	0,1
BPOM (D)	0,3	0,5	0,5	0,43
NON BPOM (K)	0,5	0,4	0,3	0,4

NON BPOM (N)	0,9	0,7	0,6	0,7
NON BPOM (B)	0,8	0,4	0,5	0,6

## 1. BPOM101 (M)

## a. Ulangan 1

$$\begin{aligned} \text{Kadar sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,10 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,02 \text{ L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 1 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

## b. Ulangan 2

$$\begin{aligned} \text{Kadar sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,11 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,02 \text{ L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 1,1 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

## c. Ulangan 3

$$\begin{aligned} \text{Kadar sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,08 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,02 \text{ L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 0,8 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

## 2. BPOM (E)

## a. Ulangan 1

$$\begin{aligned} \text{Kadar sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,01 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,02 \text{ L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 0,1 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

## b. Ulangan 2

$$\begin{aligned} \text{Kadar sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,01 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,02 \text{ L}}{0,002 \text{ kg}} \end{aligned}$$

$$= 0,1 \text{ mg/kg}$$

c. Ulangan 3

$$\begin{aligned} \text{Kadar sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,01 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,02 \text{ L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 0,1 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

3. BPOM (D)

a. Ulangan 1

$$\begin{aligned} \text{Kadar sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,03 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,02 \text{ L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 0,3 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

b. Ulangan 2

$$\begin{aligned} \text{Kadar sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,05 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,02 \text{ L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 0,5 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

c. Ulangan 3

$$\begin{aligned} \text{Kadar sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,05 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,02 \text{ L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 0,5 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

4. NON BPOM (K)

a. Ulangan 1

$$\begin{aligned} \text{Kadar sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,05 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,02 \text{ L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 0,5 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

b. Ulangan 2

$$\text{Kadar sebenarnya} = \frac{C \times V}{M}$$

$$= \frac{0,04 \frac{mg}{L} \times 0,02 L}{0,002 kg}$$

$$= 0,4 mg/kg$$

c. Ulangan 3

$$\text{Kadar sebenarnya} = \frac{C \times V}{M}$$

$$= \frac{0,03 \frac{mg}{L} \times 0,02 L}{0,002 kg}$$

$$= 0,3 mg/kg$$

5. NON BPOM (N)

a. Ulangan 1

$$\text{Kadar sebenarnya} = \frac{C \times V}{M}$$

$$= \frac{0,09 \frac{mg}{L} \times 0,02 L}{0,002 kg}$$

$$= 0,9 mg/kg$$

b. Ulangan 2

$$\text{Kadar sebenarnya} = \frac{C \times V}{M}$$

$$= \frac{0,07 \frac{mg}{L} \times 0,02 L}{0,002 kg}$$

$$= 0,7 mg/kg$$

c. Ulangan 3

$$\text{Kadar sebenarnya} = \frac{C \times V}{M}$$

$$= \frac{0,06 \frac{mg}{L} \times 0,02 L}{0,002 kg}$$

$$= 0,6 mg/kg$$

6. NON BPOM (B)

a. Ulangan 1

$$\text{Kadar sebenarnya} = \frac{C \times V}{M}$$

$$= \frac{0,08 \frac{mg}{L} \times 0,02 L}{0,002 kg}$$

$$= 0,8 mg/kg$$

b. Ulangan 2

$$\begin{aligned}\text{Kadar sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,04 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,02 \text{ L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 0,4 \text{ mg/kg}\end{aligned}$$

c. Ulangan 3

$$\begin{aligned}\text{Kadar sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,05 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,02 \text{ L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 0,5 \text{ mg/kg}\end{aligned}$$

## Lampiran 6. Dokumentasi Penelitian



Sampel *eyeliner* Non BPOM



Sampel *eyeliner* BPOM



Preparasi Sampel *eyeliner*



Sampel ditimbang



Penambahan larutan pendestruksi



Destruksi dengan kjeldahl



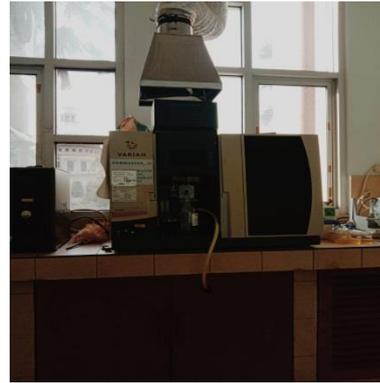
Penyaringan larutan



Pendinginan di suhu ruang



Larutan hasil destruksi



Analisis dengan AAS

## Lampiran 7. Analisis Statistik

### 1. *Two way anova*: Pengaruh Variasi Suhu dan Waktu dan Variasi Larutan Pengoksidasi Terhadap Kadar Logam Berat Timbal (Pb) pada *Eyelinier*

#### Univariate Analysis of Variance

##### Between-Subjects Factors

		Value Label	N
variasi suhu dan waktu	1	130 C, 3 jam	9
	2	100 C, 1 jam	3
variasi larutan pendestruksi	1	HNO <sub>3</sub> : H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (3:1)	3
	2	HNO <sub>3</sub> :HCl (1:3)	9

##### Tests of Between-Subjects Effects

Dependent Variable:Kadar

Source	Type III Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Corrected Model	2.562 <sup>a</sup>	2	1.281	7.202	.014
Intercept	6.246	1	6.246	35.108	.000
Variasi_suhu_waktu	2.136	1	2.136	12.004	.007
Variasi_pendestruksi	1.217	1	1.217	6.840	.028
Variasi_suhu_waktu * Variasi_pendestruksi	.000	0	.	.	.
Error	1.601	9	.178		
Total	19.038	12			
Corrected Total	4.163	11			

a. R Squared = .615 (Adjusted R Squared = .530)

**Explore****Case Processing Summary**

	Cases					
	Valid		Missing		Total	
	N	Percent	N	Percent	N	Percent
Standardized Residual for Kadar	12	100.0%	0	.0%	12	100.0%

**Descriptives**

			Statistic	Std. Error
Standardized Residual for Kadar	Mean		.0000	.26112
	95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound	-.5747	
		Upper Bound	.5747	
	5% Trimmed Mean		-.0088	
	Median		-.1185	
	Variance		.818	
	Std. Deviation		.90453	
	Minimum		-1.34	
	Maximum		1.50	
	Range		2.85	
	Interquartile Range		1.01	
	Skewness		.296	.637
	Kurtosis		-.044	1.232

**Tests of Normality**

	Kolmogorov-Smirnov <sup>a</sup>			Shapiro-Wilk		
	Statistic	df	Sig.	Statistic	df	Sig.
Standardized Residual for Kadar	.195	12	.200*	.914	12	.241

a. Lilliefors Significance Correction

\*. This is a lower bound of the true significance.

## Univariate Analysis of Variance

### Between-Subjects Factors

		Value Label	N
variasi suhu dan waktu	1	130 C, 3 jam	9
	2	100 C, 1 jam	3
variasi larutan pendestruksi	1	HNO3 : H2O2 (3:1)	3
	2	HNO3:HCl (1:3)	9

### Descriptive Statistics

Dependent Variable:Kadar

variasi suhu dan waktu	variasi larutan pendestruksi	Mean	Std. Deviation	N
130 C, 3 jam	HNO3 : H2O2 (3:1)	.787	.1026	3
	HNO3:HCl (1:3)	1.567	.5391	6
	Total	1.307	.5800	9
100 C, 1 jam	HNO3:HCl (1:3)	.533	.2517	3
	Total	.533	.2517	3
Total	HNO3 : H2O2 (3:1)	.787	.1026	3
	HNO3:HCl (1:3)	1.222	.6815	9
	Total	1.113	.6152	12

### Levene's Test of Equality of Error Variances<sup>a</sup>

Dependent Variable:Kadar

F	df1	df2	Sig.
2.979	2	9	.102

Tests the null hypothesis that the error variance of the dependent variable is equal across groups.

a. Design: Intercept + Variasi\_suhu\_waktu + Variasi\_pendestruksi + Variasi\_suhu\_waktu \* Variasi\_pendestruksi

### Tests of Between-Subjects Effects

Dependent Variable:Kadar

Source	Type III Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Corrected Model	2.562 <sup>a</sup>	2	1.281	7.202	.014
Intercept	6.246	1	6.246	35.108	.000
Variasi_suhu_waktu	2.136	1	2.136	12.004	.007
Variasi_pendestruksi	1.217	1	1.217	6.840	.028
Variasi_suhu_waktu * Variasi_pendestruksi	.000	0	.	.	.
Error	1.601	9	.178		
Total	19.038	12			
Corrected Total	4.163	11			

a. R Squared = .615 (Adjusted R Squared = .530)

### Estimated Marginal Means

#### 1. variasi suhu dan waktu

Dependent Variable:Kadar

variasi suhu dan waktu	Mean	Std. Error	95% Confidence Interval	
			Lower Bound	Upper Bound
130 C, 3 jam	1.177	.149	.839	1.514
100 C, 1 jam	.533 <sup>a</sup>	.244	-.018	1.084

a. Based on modified population marginal mean.

## 2. variasi larutan pendestruksi

Dependent Variable:Kadar

variasi larutan pendestruksi	Mean	Std. Error	95% Confidence Interval	
			Lower Bound	Upper Bound
HNO <sub>3</sub> : H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (3:1)	.787 <sup>a</sup>	.244	.236	1.338
HNO <sub>3</sub> :HCl (1:3)	1.050	.149	.713	1.387

a. Based on modified population marginal mean.

## 3. variasi suhu dan waktu \* variasi larutan pendestruksi

Dependent Variable:Kadar

variasi suhu dan waktu	variasi larutan pendestruksi	Mean	Std. Error	95% Confidence Interval	
				Lower Bound	Upper Bound
130 C, 3 jam	HNO <sub>3</sub> : H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (3:1)	.787	.244	.236	1.338
	HNO <sub>3</sub> :HCl (1:3)	1.567	.172	1.177	1.956
100 C, 1 jam	HNO <sub>3</sub> : H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (3:1)	<sup>a</sup>	.	.	.
	HNO <sub>3</sub> :HCl (1:3)	.533	.244	-.018	1.084

a. This level combination of factors is not observed, thus the corresponding population marginal mean is not estimable.