

**ANALISIS KADAR TIMBAL (Pb) PADA LIPSTIK TEREKISTRASI DAN
TIDAK TEREKISTRASI BPOM DENGAN DESTRUKSI BASAH
TERTUTUP MENGGUNAKAN VARIASI VOLUME ZAT
PENGOKSIDASI DAN SURFAKTAN TRITON X-100**

SKRIPSI

**oleh:
FEBI ANDRIANI
NIM. 18630061**



**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2022**

**ANALISIS KADAR TIMBAL (Pb) PADA LIPSTIK TEREKISTRASI DAN
TIDAK TEREKISTRASI BPOM DENGAN DESTRUKSI BASAH
TERTUTUP MENGGUNAKAN VARIASI VOLUME ZAT
PENGOKSIDASI DAN SURFAKTAN TRITON X-100**

SKRIPSI

**oleh:
FEBI ANDRIANI
NIM. 18630061**

**Diajukan Kepada:
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri 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
2022**

**ANALISIS KADAR TIMBAL (Pb) PADA LIPSTIK TEREGISTRASI DAN
TIDAK TEREGISTRASI BPOM DENGAN DESTRUKSI BASAH
TERTUTUP MENGGUNAKAN VARIASI VOLUME ZAT
PENGOKSIDASI DAN SURFAKTAN TRITON X-100**

SKRIPSI

oleh:
FEBI ANDRIANI
NIM. 18630061

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji:
Tanggal: 18 November 2022

Pembimbing I



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

Pembimbing II



Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I
NIDT. 19890113 20180201 1 244

Mengetahui,
Ketua Program Studi Kimia



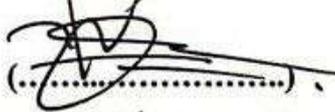
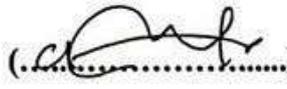
Rachmawati Yingsih, M. Si
NIP. 19810811 200801 2 010

**ANALISIS KADAR TIMBAL (Pb) PADA LIPSTIK TEREGISTRASI DAN
TIDAK TEREGISTRASI BPOM DENGAN DESTRUKSI BASAH
TERTUTUP MENGGUNAKAN VARIASI VOLUME ZAT
PENGOKSIDASI DAN SURFAKTAN TRITON X-100**

SKRIPSI

oleh:
FEBI ANDRIANI
NIM. 18630061

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Tugas
Akhir/Skripsi dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah
Satu Persyaratan Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 29 November 2022**

Penguji Utama	:	Elok Kamilah Hayati, M.Si NIP. 19790620 200604 2 002	(..... )
Ketua Penguji	:	Vina Nurul Istighfarini, M.Si LB 63025	(..... )
Sekretaris Penguji	:	Diana Candra Dewi, M.Si NIP. 19770720 200312 2 001	(..... )
Anggota Penguji	:	Okky Bagas Prasetyo, M.Pd.I NIDT. 19890113 20180201 1 244	(..... )

**Mengetahui,
Ketua Program Studi Kimia**


Rachmawati Dingsih, M. Si
NIP. 19810811 200801 2 010

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Febi Andriani

NIM : 18630061

Program Studi : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Analisis Kadar Timbal (Pb) pada Lipstik Teregistrasi dan Tidak Teregistrasi BPOM dengan Destruksi Basah Tertutup Menggunakan Variasi Volume Zat Pengoksidasi dan Surfaktan Triton X-100

menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilalihan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 18 November 2022
Yang membuat pernyataan,



Febi Andriani
NIM. 18630061

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillahirobbil'aalamiin, puji syukur saya ucapkan kehadiran Allah SWT. yang telah memberikan segala rahmat, hidayah, dan karunia-Nya sehingga saya dapat menyelesaikan penulisan skripsi ini. Tidak lupa sholawat serta salam semoga selalu tercurahkan kepada Nabi Muhammad SAW.

Pertama, karya tulis ini saya persembahkan kepada pihak-pihak yang saya sayangi dan kasihi yaitu kedua orang tua (Ibu Siti Zunaedah dan Bapak Asnawi) sebagai tanda bakti serta terimakasih saya yang tidak terhingga, kepada adik-adik saya (Vina Dwi Lestari dan Muhammad Alfi Pradipa) yang telah memotivasi dan memberikan keceriaan dalam keseharian, semoga kelak dapat menjadi motivasi untuk menuntut ilmu setinggi-tingginya.

Kedua, kepada dosen pembimbing tugas akhir, Ibu Diana Candra Dewi, M.Si serta Bapak Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I dan dosen penguji yaitu Ibu Elok Kamilah, M.Si serta Ibu Vina Nurul Istighfarini, M.Si yang telah meluangkan waktunya untuk memberikan bimbingan dan arahan dalam penyusunan skripsi, semoga selalu diberikan kesehatan, nikmat, karunia dan semua kebaikan dibalas oleh Allah SWT.

Ketiga, kepada teman-teman yang saya sayangi, iqoh, ulvi, efril, silvi, zia, nita, terimakasih sudah menemani, membantu, memberikan saran, dukungan, dan motivasi selama masa perkuliahan sampai terselesainya skripsi, semoga Allah SWT. memberikan kebahagiaan dan memudahkan urusan kalian, *aamiin*.

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Wr.Wb

Puji syukur bagi Allah SWT yang telah memberikan kenikmatan yang melimpah sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dengan judul “**Analisis Kadar Timbal (Pb) pada Lipstik Teregistrasi dan Tidak Teregistrasi BPOM dengan Destruksi Basah Tertutup Menggunakan Variasi Volume Zat Pengoksidasi dan Surfaktan Triton X-100**” dengan semaksimal mungkin, meskipun masih jauh dari kata sempurna.

Penulis mengucapkan terima kasih banyak kepada semua pihak yang telah membantu terselesaikannya skripsi ini. Khususnya kepada:

1. Kedua orang tua, Ayah dan Ibu yang telah memberikan dukungan moral serta material.
2. Prof. Dr. M. Zainuddin, M.A selaku rektor UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Dr. Sri Harini, M.Si selaku dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku Ketua Program Studi Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
5. Ibu Diana Candra Dewi, M.Si selaku dosen pembimbing I dan Bapak Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I sebagai dosen Pembimbing II yang telah meluangkan waktunya untuk membantu terselesainya penelitian ini.

6. Seluruh dosen Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan ilmunya, pengalaman, serta wawasan-wawasan lainnya sebagai panutan untuk penulis.
7. Rekan-rekan dalam keseharian yang berpengaruh terhadap proses penulisan skripsi ini, Moh. Fajar Zakaria, Anisa Dilla Puspitasari, Dinda Ayu Lestari, yang senantiasa memberikan solusi dan saran.
8. Sahabat-sahabat terbaik yang menjadi tempat keluh kesah selama proses penyusunan skripsi, I'in Atiqotul Mir'ah, Ulvi Dwi Pertiwi, dan Efrilia Rochayati.
9. Rekan-rekan satu bimbingan yang telah membantu dan menemani selama proses penelitian sampai akhir.
10. Teman-teman dari angkatan kimia 2018, kakak tingkat, dan seluruh pihak yang telah membantu penyelesaian skripsi.

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan skripsi ini masih banyak kekurangan. Penulis dengan terbuka menerima kritik dan saran, semoga skripsi ini dapat memberikan manfaat dan ilmu pengetahuan baru kepada pembaca. *Amin ya Rabbal Alamin.*

Wassalamu 'alaikum Wr.Wb

Malang, 18 November 2022

Febi Andriani

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
ABSTRAK	xiii
ABSTRACT	xiv
مستخلص البحث	xv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	8
1.3 Tujuan Penelitian.....	8
1.4 Batasan Masalah.....	8
1.5 Manfaat Penelitian.....	9
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	10
2.1 Lipstik.....	10
2.2 Timbal	12
2.2.1 Karakteristik Timbal (Pb).....	12
2.2.2 Toksisitas Timbal (Pb)	13
2.2.3 Sumber Pencemaran Timbal (Pb) pada Lipstik.....	14
2.3 Surfaktan Triton X-100	15
2.4 Destruksi.....	16
2.4.1 Destruksi Kering	17
2.4.2 Destruksi Basah.....	18
2.4.2.1 Destruksi Basah Tertutup	19
2.4.2.2 Destruksi Basah Terbuka.....	19
2.5 Analisis Kadar Timbal dengan Spektroskopi Serapan Atom.....	20
2.5.1 Spektroskopi Serapan Atom (SSA).....	20
2.5.2 Instrumentasi Spektroskopi Serapan Atom	22
2.6 Metode Kurva Standar	24
2.7 Pengujian <i>Two Way Anova</i>	26
BAB III METODE PENELITIAN	27
3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan.....	27
3.2 Alat dan Bahan	27
3.2.1 Alat	27

3.2.2 Bahan.....	27
3.3 Rancangan Penelitian	28
3.4 Tahapan Penelitian	29
3.5 Metode Penelitian.....	30
3.5.1 Preparasi Sampel	30
3.5.2 Pembuatan Kurva Baku Timbal	30
3.5.2.1 Pembuatan Larutan Standar Timbal 10 ppm	30
3.5.2.2 Pembuatan Larutan Standar Timbal 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,8; 1,4 ppm	30
3.5.3 Penentuan Volume Optimum Zat Pengoksidasi dan Surfaktan Triton X-100	31
3.5.4 Analisis Kadar Timbal pada Sampel Lipstik	31
3.5.5 Analisis Data	32
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	34
4.1 Pembuatan Kurva Standar Timbal	34
4.2 Preparasi Sampel Lipstik.....	37
4.3 Penentuan Volume Optimum Zat Pengoksidasi dan Surfaktan Triton X- 100	38
4.4 Pengukuran Kadar Timbal (Pb) pada Lipstik.....	45
BAB V PENUTUP.....	51
5.1 Kesimpulan.....	51
5.2 Saran.....	51
DAFTAR PUSTAKA	52
LAMPIRAN.....	57

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Macam-macam lipstik	10
Gambar 2.2	Struktur Triton X-100.....	16
Gambar 2.3	Komponen instrumentasi Spektroskopi Serapan Atom (SSA).....	22
Gambar 2.4	Hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi	25
Gambar 4.1	Kurva kalibrasi standar timbal (Pb)	36
Gambar 4.2	Preparasi sampel lipstik.....	37

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Nyala pada analisis unsur timbal	23
Tabel 3.1	Kombinasi volume zat pengoksidasi dan surfaktan Triton X-100.....	28
Tabel 3.2	Pengulangan variasi sampel dan volume optimum zat pengoksidasi serta surfaktan Triton X-100	31
Tabel 4.1	Kadar timbal pada lipstik dalam berbagai variasi volume zat pengoksidasi dan surfaktan Triton X-100 dengan <i>Two Way Anova</i> ...	42
Tabel 4.2	Kadar timbal pada lipstik teregistrasi dan tidak teregistrasi BPOM dengan <i>One Way Anova</i>	45

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Rancangan Penelitian	57
Lampiran 2	Diagram alir	58
Lampiran 3	Perhitungan.....	61
Lampiran 4	Mekanisme Reaksi.....	76
Lampiran 5	Dokumentasi Perlakuan.....	77
Lampiran 6	<i>Risk Assesment (RA)</i>	79

ABSTRAK

Andriani, Febi. 2022. Analisis Kadar Timbal (Pb) pada Lipstik Teregistrasi dan Tidak Teregistrasi BPOM dengan Destruksi Basah Tertutup Menggunakan Variasi Volume Zat Pengoksidasi dan Surfaktan Triton X-100. Skripsi. Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Diana Candra Dewi, M.Si; Pembimbing II: Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I.

Kata Kunci: lipstik, timbal (Pb), destruksi basah, zat pengoksidasi, surfaktan triton x-100

Lipstik merupakan salah satu jenis kosmetik yang memanfaatkan pigmen warna. Pigmen pewarna lipstik dan beberapa alat-alat pada proses produksi lipstik diketahui mengandung senyawa logam berat seperti timbal (Pb). Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui volume optimum zat pengoksidasi dan surfaktan Triton X-100 untuk destruksi pada lipstik serta mengetahui kadar timbal pada lipstik teregistrasi dan tidak teregistrasi BPOM melalui Spektroskopi Serapan Atom (SSA).

Tahapan yang dilakukan meliputi pencampuran sampel lipstik, kemudian dilakukan destruksi basah tertutup menggunakan variasi volume zat pengoksidasi 10, 20, 30, 40, dan 50 mL antara HNO₃ dan H₂O₂ (1:1) serta 1, 2, dan 3 mL surfaktan Triton X-100 pada suhu 95°C selama 3 jam. Data yang diperoleh dianalisis dengan uji *Two Way Anova*. Volume zat pengoksidasi dan surfaktan Triton X-100 yang terbaik digunakan untuk pengujian kadar timbal (Pb) pada masing-masing sampel lipstik warna merah muda dan *orange/nude*. Selanjutnya dilakukan pengukuran kadar timbal pada masing-masing sampel lipstik menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang 217 nm.

Hasil penelitian memperlihatkan bahwa volume optimum zat pengoksidasi adalah 40 mL dan volume optimum surfaktan Triton X-100 adalah 2 mL. Pengukuran kadar timbal pada lipstik teregistrasi BPOM didapatkan 9,900 mg/Kg (merah muda) dan 8,878 mg/Kg (*orange/nude*) dan tidak teregistrasi BPOM 13,520 mg/Kg (merah muda) dan 10,529 mg/Kg (*orange/nude*).

ABSTRACT

Andriani, Febi. 2022. Analysis of Lead (Pb) Levels on BPOM Registered and Unregistered Lipstick with Closed Wet Digestion Using Variations in Volume of Oxidizing Substances and Triton X-100 Surfactants. Undergraduate Thesis. Chemistry Study Program, Faculty of Science and Technology of the State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Diana Candra Dewi, M.Si; Supervisor II: Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I.

Keywords: lipstick, lead (Pb), wet digestion, oxidizing agent, surfactant Triton X-100

Lipstik is a type of cosmetic that uses color pigments. Lipstick coloring pigments and some tools in the lipstick production process are known contain heavy metal compounds such as lead (Pb). The purpose of this study was to determine the optimal volume of the oxidizing agent and surfactant Triton X-100 for the digestion of lipstick and to determine the lead content in BPOM registered and unregistered lipstick through Atomic Absorption Spectroscopy (AAS).

The steps involved include mixing lipstick samples, then do closed wet digestion using various volumes of oxidizing agents 10, 20, 30, 40, and 50 mL between HNO₃ and H₂O₂ (1:1) as well as 1, 2, and 3 mL of Triton X-100 surfactant at 95°C for 3 hours. The result were analyzed by Two Way Anova test. The best volume of oxidizing agent and Triton X-100 surfactant was used for testing lead (Pb) levels in each sample of pink and orange/nude lipstick. Subsequently, the lead content of each lipstick sample was measured using Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) at a wavelength of 217 nm.

The results showed that the optimum volume of the oxidizing agent was 40 mL and the optimum volume of Triton X-100 surfactant was 2 mL. Measurement of lead levels in BPOM registered lipstick obtained 9.900 mg/Kg (pink) and 8.878 mg/Kg (orange/nude) and not registered BPOM 13.520 mg/Kg (pink) and 10.529 mg/kg. Kg (orange/nude).

مستخلص البحث

أندرياني ، فيبي. ٢٠٢٢. تحليل مستوى الرصاص (Pb) في أحمر الشفاه المسجل وغير المسجل في الوكالة الوطنية لمراقبة الدواء والغذاء (BPOM) مع الهضم الرطب المغلق باستخدام اختلافات الحجم من العوامل المؤكسدة والمواد الخافضة للتوتر السطحي (Triton X-100). البحث الجامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا بجامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف الأول: ديانا جاندرادويو، الماجستير. المشرف الثاني: أوكي باغاس براسيتيو ، الماجستير.

الكلمات الرئيسية: أحمر الشفاه، الرصاص (Pb)، الهضم الرطب، عامل مؤكسد، والمواد الخافضة للتوتر السطحي

أحمر الشفاه هو نوع من مستحضرات التجميل التي تستخدم أصباغ اللون. من المعروف أن أصباغ صبغة أحمر الشفاه وبعض الأدوات في عملية إنتاج أحمر الشفاه تحتوي على مركبات معدنية ثقيلة مثل الرصاص (Pb). كان الهدف من هذا البحث هو تحديد الحجم الأمثل للعوامل المؤكسدة والمواد الخافضة للتوتر السطحي Triton X-100 للهضم في أحمر الشفاه وتحديد مستوى الرصاص في أحمر الشفاه المسجل وغير المسجل في الوكالة الوطنية لمراقبة الدواء والغذاء (BPOM) من خلال مطيافية الامتصاص الذري (SSA).

تشمل المراحل التي تم تنفيذها خلط عينات أحمر الشفاه، ثم الهضم الرطب المغلق باستخدام اختلافات الحجم من ١٠ و ٢٠ و ٣٠ و ٤٠ و ٥٠ مل بين HNO_3 و H_2O_2 (١:١) و ١ و ٢ و ٣ مل من المواد الخافضة للتوتر السطحي Triton X-100 عند ٩٥ درجة مئوية لمدة ٣ ساعات. تم تحليل البيانات المحسولة باستخدام اختبار تحليل التباين الثنائي (Two Way Anova). وقد استخدم أفضل كميات من العوامل المؤكسدة والمواد الخافضة للتوتر السطحي لاختبار مستوى الرصاص (Pb) في عينات أحمر الشفاه الوردية والبرتقالي أو العاري على التوالي. علاوة على ذلك، تم قياس مستوى الرصاص في كل عينة من أحمر الشفاه باستخدام مطيافية الامتصاص الذري (SSA) بطول موجي يبلغ ٢١٧ نانومتر.

أظهرت النتائج أن الحجم الأمثل للعامل المؤكسد ٤٠ مل وأن الحجم الأمثل لخافض التوتر السطحي (Triton X-100) ٢ مل. وتم الحصول على قياس مستوى الرصاص في أحمر الشفاه المسجل في الوكالة الوطنية لمراقبة الدواء والغذاء (BPOM) ٩.٩٠٠ مجم / كجم (وردي) و ٨.٨٧٨ مجم / كجم (برتقالي / عاري) و الذي غير المسجل في الوكالة الوطنية لمراقبة الدواء والغذاء (BPOM) ١٣.٥٢٠ مجم / كجم (وردي) و ١٠.٥٢٩ مجم / كجم (برتقالي / عاري).

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kosmetik merupakan sediaan yang digunakan pada badan misalnya kulit, kuku dan rambut dengan tujuan untuk menambah daya tarik, menghilangkan bau badan serta membersihkannya (BPOM RI, 2015). Lipstik merupakan suatu jenis kosmetik yang banyak digunakan para wanita, dari remaja sampai orangtua. Lipstik dapat digunakan untuk menutupi warna asli bibir, membentuk bibir menjadi lebih baik, dan melindungi bibir dari paparan sinar matahari (Finisa dkk, 2017).

Era ini berbelanja menggunakan *online* sangat digemari. Salah satu alasan adalah harga yang didapat pada pembelian *online* lebih murah. Berbagai produk lipstik dijual bebas pada pasar *online* dengan harga dan merek yang bervariasi. Kurangnya pengetahuan bagi pembeli dapat menyebabkan pembeli tertipu dengan produk tidak teregistrasi BPOM yang memungkinkan membahayakan kesehatan. Jika dibedakan dari kemasan luar atau tampilan fisiknya, maka produk yang tidak teregistrasi BPOM memiliki kemasan polos tanpa menuliskan kandungan di dalam kosmetik dan tidak tertulis atau menampilkan *barcode* nomor registrasi BPOM. Hal ini sepatutnya dapat meningkatkan kewaspadaan pembeli terhadap kemungkinan keberadaan komponen berbahaya yang terlarut ke dalam lipstik selama proses pembuatan. Bahan berbahaya yang terdapat di dalam lipstik contohnya adalah pewarna dan juga logam berat. Oleh karena itu, perlu diperhatikan keamanan dalam membeli suatu produk agar terhindar dari hal-hal yang dapat melukai diri sendiri

dan membawa kedalam jurang kebinasaan. Berdasarkan firman Allah SWT dalam penggalan surat an-Nisa' ayat 29 yang berbunyi:

وَلَا تَقْتُلُوا أَنْفُسَكُمْ ۚ إِنَّ اللَّهَ كَانَ بِكُمْ رَحِيمًا

“Dan janganlah kamu membunuh dirimu; Sesungguhnya Allah Maha Penyayang kepadamu” (QS. An-Nisa’: 29).

Berdasarkan tafsir al-Misbah karangan M. Quraish Shihab ayat tersebut menerangkan bahwa Allah melarang hambanya melanggar segala perintah-Nya, seperti halnya bunuh diri maupun membunuh orang lain, karena semua jiwa berasal dari satu *nafs* dan Allah selalu melimpahkan rahmatnya kepada hamba-Nya (Malik, 2019). Hal ini merujuk pada perhatian keamanan pembelian lipstik, khususnya produk yang tidak teregistrasi BPOM, sebab memungkinkan dapat membahayakan kesehatan akibat kandungan, bahan, dan proses produksi yang tidak terjamin. Kandungan berbahaya seperti logam berat Pb pada lipstik yang tertelan melalui proses makan atau minum dapat menyebabkan akumulasi di dalam tubuh yang dapat mencelakai diri, menimbulkan gangguan kesehatan hingga kematian.

Allah SWT telah memberikan rahmatnya kepada hamba-Nya, salah satunya adalah kesehatan. Oleh sebab itu sebagai bentuk rasa syukur terhadap rahmat Allah SWT, wajib bagi kita untuk menjaga diri termasuk kesehatan dari hal-hal yang membahayakan keselamatan jiwa. Perilaku tersebut adalah salah satu implementasi dari *maqasid syari'ah* yaitu *hifdz al-nafs* (menjaga jiwa). *Hifdz al-nafs* merupakan salah satu dari lima unsur *maqasid syari'ah*, diantaranya *hifdz ad-din* (menjaga agama), *hifdz al-mal* (menjaga harta), *hifdz al-aql* (menjaga akal), dan *hifdz al-nasl* (menjaga keturunan). Berdasarkan terminologi, *hifdz al-nafs* adalah mencegah terjadinya hal-hal yang tidak diinginkan, sesuatu yang buruk, dan

memastikan agar tetap hidup, seperti dijelaskan pada firman Allah SWT dalam surat al-Baqarah ayat 125 yang berbunyi:

وَأَنْفِقُوا فِي سَبِيلِ اللَّهِ وَلَا تُلْقُوا بِأَيْدِيكُمْ إِلَى التَّهْلُكَةِ . وَأَحْسِنُوا . إِنَّ اللَّهَ يُحِبُّ الْمُحْسِنِينَ

“Dan infakkanlah (harta bendamu) di jalan Allah, dan janganlah kamu menjatuhkan dirimu sendiri ke dalam kebinasaan, dan berbuat baiklah, karena sesungguhnya Allah menyukai orang-orang yang berbuat baik” (Q.S Al-Baqarah: 195).

Berdasarkan tafsir al-Misbah karangan M. Quraish Shihab, surat al-Baqarah ayat 195 menerangkan bahwa Allah menganjurkan hambanya untuk menjaga diri dari jurang kebinasaan. Kebinasaan yang dimaksud dalam ayat tersebut adalah tidak berjihad dan enggan mengorbankan harta, seperti menginfakkan harta untuk menyiapkan peperangan. Ayat ini melarang untuk berpangku tangan atau enggan mendermakan harta kita untuk memerangi musuh. Hal itu sama halnya dengan menjatuhkan jiwa kita ke dalam jurang kebinasaan. Maka suatu kewajiban harus dilakukan dengan seserius dan sebaik mungkin. Sesungguhnya Allah menyukai hamba-Nya yang melakukan sesuatu secara optimal. Kebinasaan disini juga dapat merusak potensi baik yang ada di dalam jiwa, baik secara fisik maupun psikis.

Cemaran logam berat yang sering ditemukan di dalam lipstik adalah logam timbal (Pb). Timbal (Pb) di dalam lipstik dapat ditemukan secara sengaja ataupun tidak sengaja. Secara sengaja, penambahan (Pb) dalam lipstik dapat membantu lipstik lebih tahan lama pada bibir atau tahan terhadap oksidasi (Utomo, 2005). Sifat lain (Pb) yang diunggulkan yaitu tahan dalam air panas maupun dingin sehingga ketika dioleskan lipstik tidak mudah luntur (Palar, 2008). Timbal (Pb) yang terdapat di dalam lipstik berasal dari bahan pewarna seperti *iron oxide*. Selain itu, timbal

(Pb) pada lipstik juga dapat berasal dari *beewax* atau lilin yang diketahui mengandung Pb \leq 10 ppm (Rowe, 2009). Menurut Palar (2008) timbal (Pb) juga memiliki sifat anti korosi yang dapat digunakan sebagai pelapis, oleh karena itu akan memungkinkan terjadinya kontaminasi timbal oleh alat-alat yang digunakan selama proses produksi lipstik. Penemuan logam berat timbal (Pb) dalam lipstik ditemukan oleh BPOM tahun 2014 dari lipstik impor yang masuk dalam negeri (Adytiowati, 2014).

Cemaran logam berat (Pb) pada lipstik dapat masuk melalui jalur pencernaan, sehingga membahayakan untuk kesehatan jika tertelan dan terakumulasi di dalam tubuh melebihi batas cemaran logam berat yang sudah ditetapkan oleh BPOM RI tahun 2014 yaitu 20 mg/Kg atau 20 mg/L. Timbal (Pb) yang terserap ke dalam tubuh melalui aliran darah akan terkumpul di dalam jaringan (BPOM RI, 2014). Hal ini jika berlangsung secara berkelanjutan dapat mengakibatkan penurunan fungsi pada sistem saraf, kardiovaskuler, reproduksi, urinaria, dan gastrointestinal (Widowati dkk, 2008).

Penentuan kadar logam berat (Pb) secara kuantitatif, menurut BPOM RI No. HK.03.1.23.08.11.07331 Tahun 2011 dapat ditentukan melalui pengukuran dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Metode ini tidak hanya dapat mengukur kandungan logam berat Pb saja, namun juga logam berat lain seperti Fe, Cu, Cd, As dan Zn. SSA dalam prinsipnya memanfaatkan interaksi antara radiasi elektromagnetik dengan sampel pada panjang gelombang tertentu sehingga dapat terjadi serapan energi dari suatu unsur di dalam sampel yang telah diatomisasi. Metode ini lebih menguntungkan daripada spektroskopi biasa yaitu dapat mengukur

unsur-unsur logam dalam jumlah sedikit, kepekaan yang tinggi, sifatnya spesifik, serta analisis yang sederhana juga ekonomis (Nasir, 2019).

Lipstik merupakan matriks yang berbentuk semi padat sehingga membutuhkan preparasi sampel yang lebih. Preparasi sampel sebelum dilakukan pengukuran dengan SSA yaitu menggunakan proses destruksi. Salah satu jenis destruksi adalah destruksi tertutup menggunakan pendestruksi zat asam. Prosesnya yang dilakukan pada keadaan tertutup dapat mengurangi hilangnya analit atau logam tujuan (Pb) yang bersifat volatil (Hidayat, 2016). Zat pengoksidasi yang digunakan dapat berupa zat pengoksidasi asam tunggal maupun campuran. Zat pengoksidasi tersebut diantaranya berupa H_2SO_4 , HNO_3 , $HClO_4$, dan HCl (Nasir, 2019). Pemilihan zat pengoksidasi pada proses destruksi berperan penting terhadap hasil yang diperoleh. Zat pengoksidasi yang umumnya digunakan adalah HNO_3 yang disebut asam nitrat karena tidak menyebabkan gangguan pada sebagian besar analisis. Perpaduan asam nitrat, hidrogen peroksida, dan asam klorida dapat meningkatkan dekomposisi menjadi unsur-unsurnya (Matusiewicz *et al.*, 2003). Bahkan perpaduan dengan menggunakan HF dilakukan, namun dengan mempertimbangkan keamanan saat analisis (Xiao, 2004). Penelitian Dewi dkk, (2019) menyebutkan bahwa menggunakan zat pengoksidasi HNO_3 dan H_2O_2 15 mL diperoleh rata-rata kadar timbal (Pb) pada lipstik cair berwarna merah muda dan merah terang sebesar 0,45 ppm, 2,96 ppm, dan 0,62 ppm. Martines dkk, (2018) juga melaksanakan penelitian mengenai kadungan logam Pb pada lipstik teregistrasi BPOM menggunakan zat pengoksidasi 21 mL antara HNO_3 dan H_2O_2 menghasilkan kadar logam Pb rata-rata sebesar 0,89 $\mu g/g$. Sama halnya dengan penelitian

Rosalina (2021) menggunakan 21 mL antara HNO_3 dan H_2O_2 menghasilkan kadar timbal pada lipstik terendah 26,86 mg/Kg dan tertinggi 259,65 mg/Kg.

Faktor lain yang mempengaruhi proses destruksi selain jenis zat pengoksidasi adalah kontak antara sampel dan zat pengoksidasi. Penanganan pada zat semi padat seperti lipstik yang dilakukan dengan pemanasan menghasilkan kontak antara media pendestruksi dan lipstik cukup kecil sebab terdapat komponen-komponen di dalam lipstik yang tidak bisa terdispersi oleh zat pengoksidasi asam (Batista *et al.*, 2015). Selain itu menggunakan pemanasan tinggi juga akan mengakibatkan komponen-komponen volatil seperti timbal mudah menguap, sehingga untuk meningkatkan kontak antara zat pendestruksi dengan sampel dapat ditambahkan surfaktan yang berfungsi untuk mendispersikan komponen-komponen yang bersifat hidrofobik pada lipstik ke dalam larutan asam dengan membentuk emulsi homogen yang dapat meningkatkan kontak antara zat pendestruksi dengan sampel sehingga menjadikan proses destruksi menjadi meningkat (Maharaj *et al.*, 2021).

Surfaktan adalah agen aktif permukaan. Salah satu jenis surfaktan adalah surfaktan non-ionik, yang terdiri dari kepala dengan sifat hidrofilik (polar) dan ekor yang bersifat hidrofobik (non-polar) dan tidak bermuatan. Adanya gugus hidrofobik dan hidrofilik ini dapat menyatukan suatu campuran antara air dan minyak. Surfaktan non-ionik banyak digunakan sebagai agen pelarut dan pengemulsi dalam industri tekstil, deterjen, dan industri kosmetik (Batıgöç, *et al.*, 2011). Contoh dari surfaktan non-ionik adalah Triton X-100 yang memiliki rantai polietilen oksida bersifat hidrofilik dan gugus hidrofobik 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)-fenil. Pada

penelitian Maharaj *et al.*, (2021) melaporkan bahwa penggunaan surfaktan non-ionik Triton X-100 untuk analisis As, Hg, Cr, Cd, Ni, dan Pb pada lipstik dengan variasi kombinasi asam yaitu antara 5 mL asam nitrat 70 % dan 5 mL hidrogen peroksida 30% pada suhu 95°C selama 3 jam; 7,5 mL HCl 37% dan 5 mL asam nitrat 70% pada suhu 108°C selama 2 jam, serta kombinasi 8 mL asam nitrat 70%, 4 mL HCl 37%, dan 2 mL H₂O₂ 30% pada suhu 125°C selama 2 jam menghasilkan deteksi yang lebih tinggi dengan menggunakan penambahan surfaktan non-ionik Triton X-100, yaitu sebesar (5,60 ± 12,92 mg/Kg) sedangkan tanpa surfaktan sebesar (5,22 ± 13,62 mg/Kg). Varian terbaik yang diperoleh adalah pada perlakuan kombinasi antara 5 mL asam nitrat 70% dan 5 mL hidrogen peroksida 30% yang dilakukan pada suhu 95°C selama 3 jam dengan rata-rata konsentrasi Pb adalah 4,55 ± 3,28 mg/Kg, sedangkan pada perlakuan yang sama, namun tanpa penambahan surfaktan menghasilkan kadar yang lebih rendah yaitu 2,79 ± 2,97 mg/Kg.

Berdasarkan latar belakang tersebut, maka dilaksanakan penelitian mengenai analisis kadar logam berat timbal (Pb) pada lipstik BPOM dan non-BPOM yang diperjualbelikan dengan bebas di pasar online menggunakan 2 variasi warna yang paling banyak disukai yaitu merah muda dan *orange/nude* menggunakan destruksi asam tertutup dengan variasi volume zat pengoksidasi 10 mL, 20 mL, 30 mL, 40 mL, dan 50 mL antara HNO₃ 65% dan H₂O₂ 30% (1:1) serta variasi volume penambahan surfaktan Triton X-100 pada 1 mL, 2 mL, dan 3 mL yang dianalisis secara kuantitatif menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA).

1.2 Rumusan Masalah

1. Berapa volume optimum zat pengoksidasi dan surfaktan non-ionik Triton X-100 untuk proses destruksi pada lipstik yang diukur dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)?
2. Berapa kadar timbal (Pb) pada lipstik teregistrasi dan tidak teregistrasi BPOM yang diukur menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Mengetahui volume optimum zat pengoksidasi dan surfaktan non-ionik Triton X-100 untuk proses destruksi pada lipstik yang diukur dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA).
2. Mengetahui kadar timbal (Pb) pada lipstik teregistrasi dan tidak teregistrasi BPOM yang diukur menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA).

1.4 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah yang diterapkan pada penelitian supaya tidak menyimpang dari tujuan yaitu:

1. Lipstik yang digunakan merupakan lipstik batang teregistrasi dan tidak teregistrasi BPOM.
2. Warna lipstik terdiri dari 2 variasi warna, yaitu merah muda dan orange /*nude*.
3. Variasi volume pendestruksi yang digunakan adalah 10 mL, 20 mL, 30 mL, 40 mL, dan 50 mL dengan perbandingan 1:1 antara asam nitrat 65% dan hidrogen peroksida 30%.

4. Variasi surfaktan Triton X-100 yang digunakan adalah 1 mL, 2 mL, dan 3 mL.
5. Proses destruksi tertutup dengan refluks dilakukan pada suhu 95°C.

1.5 Manfaat Penelitian

Secara khusus penelitian ini bermanfaat untuk memberikan informasi tentang volume optimum surfaktan Triton X-100 dan zat pengoksidasi asam untuk analisis logam berat timbal (Pb) dengan metode destruksi basah dalam lipstik yang akan diukur dengan spektroskopi serapan atom (SSA). Selain itu juga untuk memberikan informasi mengenai kadar logam berat timbal pada lipstik yang diukur dengan spektroskopi serapan atom (SSA). Sedangkan pada umumnya, penelitian ini memiliki manfaat untuk memberikan informasi mengenai bahaya lipstik yang mengandung timbal (Pb) berlebih sehingga menjadi lebih berhati-hati dalam memilih lipstik.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

Lipstik

Penggunaan lipstik sangat luas, khususnya pada kalangan wanita (Tranggono dan Latifah, 2007). Dahulu lipstik dikemas dalam bentuk padatan dengan disertai *roller* (pemutar), namun sekarang lipstik sudah berkembang dengan formula cair (*cream*) sehingga pengemasannya juga berbeda dengan lipstik batang. Lipstik dapat menjadikan bibir lembab dan menutupi bagian bibir yang gelap (Tranggono dan Latifah, 2007).

Formulasi lipstik klasik/batang berdasarkan (Draelos, 2015) umumnya dibuat dengan formulasi *wax* padat pada suhu ruang sebesar 15%, pasta *wax* 20%, minyak 30%, *texturing agent* 10%, pigmen zat pewarna 20%, dan antioksidan 1%. Beberapa macam lipstik ditampilkan pada Gambar 2.1.

Gambar 2.1 Macam-macam lipstik (Gusnaldi, 2007)

Keterangan mengenai komposisi-komposisi yang digunakan pada produksi lipstik adalah sebagai berikut:

a. Pigmen Zat Pewarna

Pigmen adalah zat pewarna yang diperoleh dari proses sintetis atau juga bisa berasal dari mineral yang berbentuk bubuk. Bubuk ini dapat dicampur dan juga terdispersi pada minyak sehingga dapat dijadikan pewarna lipstik. Penggunaan pigmen dibatasi pemakaiannya oleh peraturan internasional karena pewarna sintetis banyak mengandung logam-logam tertentu sehingga apabila terakumulasi pada tubuh dapat menyebabkan efek samping yang tidak diinginkan.

b. Lilin

Kegunaan lilin pada lipstik adalah sebagai fondasi supaya lipstik batang dapat berdiri dan juga untuk mempertahankan kepadatan pada temperatur yang panas (Balsam dan Sagarin, 1972). Lilin bisa diperoleh dari hewan, sayuran, ataupun hasil sintetis. Lilin yang biasa terdapat pada lipstik diantaranya yaitu *candelilla wax*, *beeswax*, dan *paraffin wax* (Tranggono dan Latifah, 2007).

c. Minyak

Minyak pada lipstik digunakan sebagai komponen pendispersi atau pelarut pigmen zat warna (Poucher, 2000). Minyak yang digunakan seperti minyak kastor alkohol tetrahidrofurfuril, lemak isopropil miristat, alkohol dihidrat, asam alkilolamida, monoeter, ester asam lemak tunggal, dan minyak parafin (Tranggono dan Latifah, 2007).

d. Lemak

Lemak pada lipstik merupakan campuran lemak padat. Lemak ini dapat membentuk lapisan film pada bibir, memberikan efek yang lembut pada tekstur lipstik sehingga dapat mengurangi efek pecah pada lipstik. Selain itu, lemak juga

dapat mengikat fase minyak dan fase lilin pada basis tertentu dan dapat mendispersi pigmen warna pada lipstik (Jellinek, 1970).

e. Antioksidan

Antioksidan merupakan bahan penyusun lipstik yang dapat melindungi minyak dan bahan-bahan yang tidak jenuh lainnya pada lipstik yang mudah mengalami oksidasi. Beberapa contoh antioksidan yang dapat digunakan yaitu vitamin E (tokoferol), BHA, BHT, dan asam sitrat (Barel *et al.*, 2001).

f. Pengawet

Pengawet ditambahkan pada lipstik memiliki tujuan untuk mengurangi pertumbuhan mikroorganisme pada lipstik. Pengawet tersebut seperti propil paraben maupun metil paraben (Yatimah, 2014).

g. Parfum

Parfum sebagai komponen pewangi digunakan untuk memberikan rasa dengan bau yang menyenangkan sehingga dapat menutupi bau lemak dan bau yang timbul selama proses penyimpanan dan pemakaian lipstik sehari-hari (Tranggono dan Latifah, 2007).

2.2 Timbal (Pb)

2.2.1 Karakteristik Timbal (Pb)

Salah satu komponen golongan IV A yang merupakan logam berat adalah timbal (Pb) atau disebut juga "*Plumbum*". Timbal memiliki bentuk fisik berupa padatan di dalam suhu ruang, memiliki warna abu-abu mendekati perak yang mengkilat atau juga kebiruan. Nomor atom timbal adalah 82 dan memiliki berat

atom sebesar 207,2 pada sistem periodik. Pada tekanan atmosfer timbal memiliki titik didih sebesar 1740°C, titik lebur 327,5°C dan juga densitas 11,34g/cm³ (Gusnita, 2012).

Timbal (Pb) memiliki sifat yang lentur sehingga memungkinkan untuk dipotong dan juga dibentuk, dan juga sangat rapuh serta mudah mengkerut jika mengalami pendinginan. Timbal juga bersifat anti karat serta anti korosi yang sering digunakan sebagai bahan pelapis. Timbal dapat dilarutkan dalam asam nitrat, asam asetat dan asam sulfat pekat. Timbal sering ditemukan dalam bentuk persenyawaan lain seperti PbCl₂ dan PbBr₂ dan jarang ditemukan dalam keadaan bebas di alam (Surani, 2002).

2.2.2 Toksisitas Timbal (Pb)

Akumulasi logam timbal (Pb) yang merupakan golongan logam berat pada tubuh manusia dapat menyebabkan keracunan apabila melebihi batas tertentu. Kosmetik seperti lipstik yang mengandung komponen timbal akan menyebabkan toksisitas apabila digunakan secara berkepanjangan dan terus menerus. Masuknya timbal ke dalam tubuh dapat melalui kontak dengan kulit misalnya pengolesan. Kosmetik yang dioles akan meresap pada kulit dan menyebabkan penumpukan. Selain itu, juga dapat melalui jalur pencernaan saat meminum atau mengonsumsi makanan tertentu (Jaya dan Guntarti, 2013).

Paparan logam berat timbal yang terakumulasi di dalam tubuh dapat menyebabkan gangguan pada organ tertentu seperti ginjal, sistem reproduksi, sistem hemopoitik, dan juga sistem saraf. Gangguan yang terjadi pada ginjal dapat

menyebabkan glukosuria dan aminoasiduria. Apabila paparan berlangsung terus-menerus, maka akan menyebabkan nefritis kronis. Sedangkan pada sistem reproduksi pada ibu hamil dapat menyebabkan keguguran serta kematian. Selain itu juga dapat menyebabkan kecacatan pada bayi yang dilahirkan. Keracunan timbal (Pb) akan menyebabkan tekanan darah rendah dan peningkatan *Amino Levulinic Acid* (ALA). Pada sistem saraf, paparan timbal pada anak-anak lebih berbahaya dibandingkan pada orang dewasa, karena dapat menyebabkan ensefalopati yang ditandai dengan halusinasi sakit kepala, malas, perasaan yang mudah tersinggung, sering lupa, serta penurunan konsentrasi dan kecerdasan pada anak (Sumardjo, 2009).

2.2.3 Sumber Pencemaran Timbal (Pb) pada Lipstik

Logam berat seperti timbal yang terkandung di dalam kosmetik merupakan bentuk yang diperoleh akibat adanya pengotor pada bahan-bahan yang digunakan selama proses produksi kosmetik (BPOM RI, 2014). Pada sediaan kosmetik, timbal digunakan sebagai pigmen pewarna, melembutkan tekstur dan juga sebagai agen penstabil. Selain itu juga dapat menjadikan lipstik lebih tahan terhadap pengoksidasian dan air (Sihite, 2015).

Beberapa faktor yang menjadi sumber pencemaran timbal pada lipstik menurut Rowe *et al.*, pada Yatimah (2014) diantaranya adalah dari bahan baku yang digunakan. Bahan baku ini misalnya *beewax* yang diketahui mengandung timbal ≤ 10 mg/L. Bahan baku pewarna yang digunakan seperti besi oksida juga diketahui mengandung timbal sebesar 10 ppm. Pencemaran timbal juga dapat

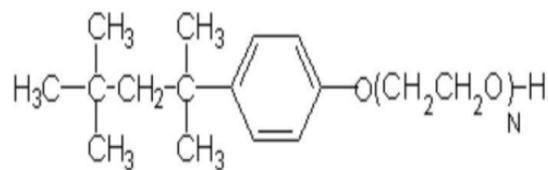
disebabkan oleh alat-alat yang digunakan untuk pembuatan kosmetik, misalnya solder yang terbuat dari timbal atau peralatan-peralatan lain yang dilapisi cat dan cat tersebut diketahui menggunakan pigmen pewarna yang mengandung timbal (Hepp *et al.*, 2009).

2.3 Surfaktan Triton X-100

Surfaktan adalah material yang mempunyai gugus hidrofilik dan hidrofobik. Kedua gugus tersebut dapat menyatukan suatu campuran yang mengandung minyak dan air. Gugus hidrofilik surfaktan bersifat polar dan menyukai air, sedangkan gugus hidrofobik bersifat non-polar yang suka terhadap lemak. Gugus hidrofilik kebanyakan merupakan gugus hidroksil dan gugus hidrofobik adalah kumpulan alkil yang panjang (Sukriya, 2011). Surfaktan dapat digunakan sebagai tiga golongan besar yaitu sebagai material pengemulsi, material pembasah, dan material pelarut. Surfaktan sebagai bahan aktif permukaan dapat menurunkan tegangan permukaan antara fasa air dan minyak (Furi dan Coniwati, 2012).

Triton X-100 adalah surfaktan non-ionik yang alkilnya tidak bermuatan. Surfaktan non-ionik bermanfaat sebagai agen pelarut dan pengemulsi pada industri tekstil, deterjen dan industri kosmetik (Batıgöç *et al.*, 2011). Surfaktan Triton X-100 memiliki rantai polietilen oksida dengan sifat hidrofilik dan 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)-fenil yang bersifat hidrofobik. Triton X-100 termasuk golongan polioksietilena. Triton X-100 atau t-oktilfenoksipolietoksietanol merupakan cairan encer yang tidak bewarna atau jernih hingga agak kabur dengan gugus hidrofobik

fenil eter. Triton X-100 memiliki berat molekul 625 gram. Berat jenis Triton X-100 adalah 1,065 pada suhu 25°C. Triton X-100 mudah larut dalam air, benzena, xilena, toluena, etilen glikol, etil eter, etanol, isopropanol, trikloroetilena, dan etilen diklorida. Selain itu Triton X-100 sangat larut dalam asam mineral berair. Surfaktan ini merupakan material yang sangat stabil selama penyimpanan bertahun-tahun dalam keadaan tertutup (Dantas *et al.*, 2007). Banyak bahan yang tidak larut dalam air dapat didispersikan atau dilarutkan dalam air oleh Triton X-100. Struktur Triton X-100 disajikan pada Gambar 2.2.



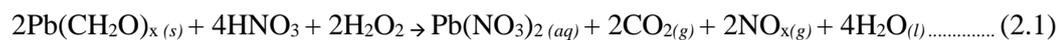
Gambar 2.2 Struktur Triton X-100

2.4 Destruksi

Destruksi merupakan metode dalam tahap penyiapan sampel dimana terjadi perombakan senyawa menjadi unsur-unsurnya yang dapat dianalisis. Perombakan meliputi logam-logam organik menjadi bentuk logam-logam anorganik. Proses destruksi dilakukan dengan material asam organik, maupun campuran asam. Zat-zat asam yang digunakan seperti asam sulfat, asam nitrat, hidrogen peroksida, asam perklorat, dan asam klorida. Asam nitrat merupakan reagen yang efisien dan sering digunakan pada destruksi karena tidak mudah mengganggu proses penelitian (Matusiewicz *et al.*, 2003). Kombinasi antara zat-zat asam seperti asam klorida dengan hidrogen peroksida dan asam nitrat juga

digunakan untuk meningkatkan dekomposisi unsur-unsur yang terdapat pada sampel (Xiao, 2004).

Beberapa kombinasi zat pengoksidasi yang sering digunakan diantaranya HNO₃ dengan H₂O₂. Apabila dibandingkan dengan kombinasi antara HNO₃ dan HCl serta HNO₃ dan H₂SO₄, nilai *recovery* kombinasi HNO₃ dengan H₂O₂ mencapai nilai paling tinggi (Demirel *et. al*, 2008). Ikatan senyawa kompleks dengan logam yang dianalisis akan diputus oleh HNO₃. Sementara itu untuk penyempurnaan dekomposisi komponen-komponen dalam sampel diatur oleh hidrogen peroksida. Reaksi destruksi dengan menggunakan HNO₃ dan H₂O₂ ditampilkan pada persamaan 2.1 (Natasya, 2020).



Terdapat dua jenis destruksi yaitu destruksi basah atau oksida basah dan destruksi kering atau oksida kering (Nasir, 2019).

2.4.1 Destruksi Kering

Destruksi kering merupakan proses perombakan logam-logam organik pada suatu sampel menjadi logam-logam anorganik menggunakan pengabuan yang dilakukan pada *muffel furnace* dan menggunakan temperatur pemanasan tertentu. Temperatur pemanasan yang digunakan tergantung pada material yang dianalisis. Umumnya, pemanasan itu dilakukan antara suhu 400°C sampai 800°C. Penentuan temperatur dicocokkan dengan jenis logam akan dianalisis. Umumnya pada suhu 400-800°C dapat dilakukan untuk analisis unsur logam Fe, Zn dan Cu, karena unsur-unsur logam tersebut memiliki oksida yang cukup stabil 400°C sampai 800°C. Unsur logam Fe, Zn maupun Cu kemudian dilarutkan pada suatu larutan

asam encer sebagai zat pengoksidasi bisa berupa campuran ataupun larutan asam tunggal, kemudian bisa dianalisis dengan metode yang akan dipakai untuk tahap selanjutnya (Nasir, 2019).

2.4.2 Destruksi Basah

Destruksi basah merupakan perombakan sampel menggunakan pelarut asam-asam kuat yang bisa saja berupa campuran maupun larutan tunggal. Pelarut atau zat pengoksidator yang dapat digunakan yaitu diantaranya H_2SO_4 , HCl , HNO_3 , dan $HClO_4$. Umumnya, proses destruksi dilakukan dengan zat pengoksidasi berupa asam nitrat pekat untuk merombak material organik karena merupakan larutan yang paling efektif dalam menguraikan sampel. Proses destruksi seringkali disertai dengan penambahan hidrogen peroksida atau asam perklorat sehingga dapat memperbesar proses oksidasi. Proses destruksi dikatakan selesai apabila telah dihasilkan suatu larutan bening atau jernih. Hal ini menunjukkan bahwa komponen-komponen yang ada pada suatu material sudah larut sempurna atau proses perombakan logam-logam organik telah terjadi. Produk dari proses pengabuan ini merupakan suatu senyawa garam sehingga apabila disimpan selama beberapa hari memiliki sifat yang stabil (Nasir, 2019).

Kelebihan metode destruksi basah diantaranya adalah dapat mengurangi hilangnya komponen-komponen volatil yang mudah menguap akibat proses pemanasan pada temperatur destruksi yang tinggi. Selain itu, proses ini tidak memerlukan waktu yang lama dibandingkan dengan proses destruksi kering. Metode ini sering digunakan untuk analisa logam seperti As, Sn, Hg, Se, dan Zn (Nasir, 2019). Kelemahan menggunakan destruksi basah yaitu persen kesalahan

yang dihasilkan mungkin lebih besar, karena penggunaan reagen yang terlalu banyak serta proses analisis yang memerlukan perhatian lebih akibat reaksi yang dihasilkan merupakan suatu reaksi yang kuat sehingga dalam pemanasan memerlukan kehati-hatian tinggi (Gandjar dan Rohman, 2007). Macam-macam destruksi basah ada dua, yaitu destruksi basah terbuka dan destruksi basah tertutup.

2.4.2.1 Destruksi Basah Tertutup

Destruksi basah tertutup merupakan proses perombakan komponen organik pada suatu material menjadi komponen-komponen anorganik yang dilakukan pada suatu wadah tertutup. Metode ini merupakan metode konvensional yang dilakukan secara refluks dan salah satunya kegunaannya yaitu untuk penyiapan sampel pada analisis timbal. Proses pelaksanaan metode destruksi basah tertutup yaitu digunakan suatu pelarut volatil yang dapat menguap pada keadaan temperatur tinggi, kemudian larutan didinginkan melalui kondensor sehingga terjadi proses pengembunan yang menghasilkan titik-titik cairan yang terakumulasi pada wadah reaksi dan hal ini menjadikan pelarut tetap ada pada saat proses destruksi berjalan (Kalaskar, 2012). Metode ini lebih aman digunakan karena tahan pada penguapan serta pemuaihan bahan (Rochayatun dan Rozak, 2007). Selain itu, pemutusan ikatan senyawa organik pada sampel akan lebih cepat karena prosesnya dilakukan dalam sistem tertutup yang mempunyai tekanan relatif besar sehingga kadar logam yang diinginkan semakin tinggi (Dewi dkk, 2019).

2.4.2.2 Destruksi Basah Terbuka

Metode destruksi basah terbuka yaitu proses perombakan molekul organik menjadi komponen-komponen anorganik dengan mencampurkan sampel dan

reagen asam kuat. Kemudian keduanya dipanaskan dengan pemanas listrik *hot plate* pada suhu tertentu. Penggunaan suhu yang cukup tinggi dan waktu yang sesuai dapat menguraikan komponen-komponen organik pada sampel menjadi komponen anorganik yang dapat dianalisis (Anderson, 1987). Kelebihan penggunaan metode ini yaitu biaya yang digunakan cukup terjangkau dan juga alat yang sederhana. Metode ini juga lebih efektif terhadap material organik serta anorganik. Hilangnya komponen volatil juga lebih kecil dibanding dengan menggunakan destruksi kering. Namun metode ini terbatas pada suhu destruksi tertinggi yang rendah sehingga suhu tidak dapat melampaui titik didih dari zat pendestruksi asam atau campuran asam (Ishak *et al.*, 2015).

2.5 Analisis Kadar Timbal dengan Spektroskopi Serapan Atom

2.5.1 Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Metode analisis untuk penentuan unsur tertentu dalam sampel dapat dilakukan dengan metode Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Proses ini berlangsung dengan memanfaatkan proses absorpsi radiasi pada panjang gelombang yang spesifik oleh atom yang berada pada tingkat energi dasar. Absorpsi yang terjadi akan menyebabkan atom pada keadaan dasar menjadi tereksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi. Intensitas radiasi yang diserap nilainya sebanding dengan jumlah atom pada tingkat energi *ground state*. Oleh sebab itu, konsentrasi suatu unsur dapat ditentukan jika nilai absorpsi dari penyerapan radiasi atau transmitan diketahui (Boycott dan Iis, 2009).

Prinsip dasar dari spektroskopi serapan atom yaitu penyerapan radiasi cahaya oleh atom-atom pada keadaan tingkat energi dasar ke tingkat energi yang

lebih tinggi, peristiwa ini disebut sebagai eksitasi. Absorpsi energi radiasi ini dilakukan pada panjang gelombang tertentu yang spesifik untuk tiap-tiap logam. Untuk analisis logam timbal (Pb) menggunakan spektroskopi serapan atom digunakan panjang gelombang yang khas yaitu pada 217 nm. Pada panjang gelombang ini, penyerapan radiasi dari keadaan dasar ke keadaan eksitasi menghasilkan serapan yang kuat, sehingga pada serapan yang maksimal ini akan sebanding dengan jumlah atom pada keadaan *ground state* (Maria, 2009).

Cara kerja dari spektrofotometer serapan atom adalah ketika suatu cuplikan atau larutan sampel dipanaskan pada bagian nyala yang terdapat pada spektroskopi serapan atom, maka akan terjadi proses penguapan dari pelarutnya. Terjadinya penguapan tersebut menandakan bahwa terjadi penguraian senyawa atau molekul menjadi unsur-unsur penyusun. Unsur-unsur tersebut akan menyerap radiasi monokromatis yang bersumber dari lampu katoda berongga atau sumber radiasi yang khas untuk tiap unsur. Pada keadaan ini, unsur dapat menyerap radiasi monokromatis dari lampu katoda berongga apabila lampu yang digunakan tersebut sesuai dengan unsur yang sedang dianalisis. Unsur-unsur tertentu dapat dianalisis berdasarkan hukum *Lambert-Beer*. Hukum *Lambert-Beer* ini menyatakan bahwa absorbansi sebanding dengan nilai absorptivitas molar (a), tinggi pembakar (b) dan konsentrasi atom yang mengabsorpsi sinar (c). Persamaan hukum *Lambert-Beer* ditampilkan pada persamaan 2.2 (Day dan Underwood, 1989).

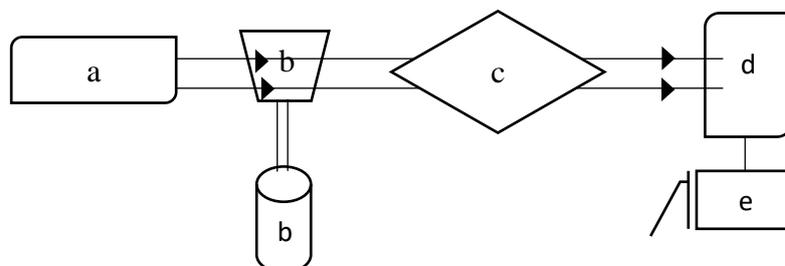
$$A = a.b.c \dots\dots\dots(2.2)$$

Berdasarkan dari hukum tersebut, maka dapat ditentukan konsentrasi kadar logam tertentu dari kurva kalibrasi yang telah dibuat dengan larutan standar dari logam yang sama (Wahidin, 2009).

Gangguan yang dapat timbul ketika analisis menggunakan SSA diantaranya yaitu gangguan matriks sampel dan juga gangguan kimia. Matriks sampel berpengaruh pada jumlah sampel yang dapat mencapai nyala, sedangkan gangguan kimia sendiri akan berpengaruh terhadap jumlah atom yang terlibat dalam nyala (Khopkar, 2010). Kelebihan penggunaan SSA pada analisis unsur-unsur logam dikarenakan merupakan suatu teknik analisis yang spesifik, dan juga memiliki kepekaan yang tinggi daripada spektroskopi emisi atom. Selain itu, instrumen memiliki cara kerja yang cukup sederhana dan mudah pemakaiannya, namun hasil analisis yang dihasilkan juga akurat (Sukender *et al.*, 2012). Kelemahannya, analisis menggunakan SSA memerlukan penyesuaian sumber sinar atau lampu katoda berongga yang sesuai dengan unsur-unsur logam yang akan dianalisis.

2.5.2 Instrumentasi Spektroskopi Serapan Atom

Adapun komponen-komponen bagian dalam instrumentasi Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) ditampilkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Komponen instrumen Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

a. Sumber Sinar

Sumber sinar pada SSA berupa lampu katoda yang berupa kaca tertutup dan di dalamnya terdapat anoda serta katoda. Katoda yang digunakan dapat dibuat dari logam yang membentuk silinder berongga dan di dalamnya berisi suatu gas mulia seperti neon maupun argon (Gandjar dan Rohman, 2007). Sumber radiasi yang dapat diaplikasikan untuk analisis logam Pb merupakan *lead hollow cathode lamp* karena memiliki radiasi yang khas untuk logam Pb sehingga akan menghasilkan serapan yang tajam.

b. Nyala dan Tempat Sampel

Nyala SSA berfungsi sebagai pengatomisasi dengan cara mengubah padatan atau cairan dari cuplikan menjadi bentuk gas/uap. Pada hal ini cuplikan yang sudah menguap dihamburkan pada suatu nyala untuk diatomisasi. Pada perubahan ini, diperlukan suhu tertentu yang sesuai dengan nyala dari gas dipakai, seperti untuk nyala gas asetilen (bahan bakar)-udara (gas pengoksidasi) membutuhkan suhu 2200°C (Gandjar dan Rohman, 2007). Keberhasilan atomisasi sangat dipengaruhi oleh jenis bahan bakar-gas pengoksidasi dan juga suhu yang digunakan. Aturan analisis unsur timbal disajikan pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Nyala pada analisis unsur timbal (Gandjar dan Rohman, 2007)

Logam	λ (nm)	Tipe Nyala	Kisaran Kerja ($\mu\text{g/mL}$)	Batas Deteksi ($\mu\text{g/mL}$)
Timbal (Pb)	217	U-A	5-20	0,015

c. Monokromator

Monokromator berfungsi dalam pemisahan dan juga pemilihan panjang gelombang yang sesuai dengan panjang gelombang yang dianalisis. Di dalamnya

terdapat terdapat satu komponen yang dapat berputar pada frekuensi putaran tertentu yaitu pemecah sinar/*chopper* (Gandjar dan Rohman, 2007).

d. Detektor

Berfungsi sebagai pengukur intensitas cahaya yang dihasilkan dari proses atomisasi. Detektor yang digunakan dapat berupa *photomultiplier tube* yaitu tabung penggandaan foton. Pada hal ini detektor akan melanjutkan ke *amplifier* yang dapat memperkuat *signal* sehingga diharapkan hasil pembacaan menjadi lebih jelas, lalu dilanjutkan ke sistem *read out*/rekorder (Nasir, 2019).

e. Rekorder/*Read out*

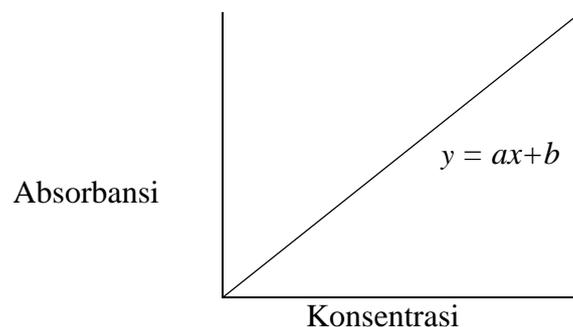
Rekorder merupakan komponen yang dapat menunjukkan hasil analisis keluaran dari detektor. Pembacaan yang ditunjukkan umumnya berupa angka maupun kurva yang memperlihatkan nilai absorbansi atau transmitan (Gandjar dan Rohman, 2007).

2.6 Metode Kurva Standar

Sampel atau cuplikan yang akan dianalisis menggunakan spektrofotometer serapan atom secara kuantitatif harus diubah dahulu ke dalam suatu larutan. Pembuatan larutan sampel ini dapat dilakukan dengan melarutkan sampel dengan pelarut tertentu yang sesuai. Kemudian juga bisa dengan melarutkan pada pelarut asam. Selain itu, juga bisa dilakukan dengan melarutkan pada suatu pelarut basa atau melarutkan terlebih dahulu dengan pelarut basa kemudian setelah itu dilarutkan kembali dengan pelarut yang sesuai. Larutan yang dihasilkan dari proses pelarutan ini harus mempunyai karakteristik yang sesuai untuk analisis menggunakan SSA, yaitu berupa larutan yang jernih dan

stabil sehingga tidak menyebabkan terjadinya gangguan saat pengukuran menggunakan SSA (Gandjar dan Rohman, 2007).

Proses awal pada metode kurva standar ini yaitu dengan membuat suatu larutan standar dengan beberapa variasi konsentrasi, yang kemudian larutan-larutan dengan variasi konsentrasi tersebut diukur absorbansinya menggunakan SSA. Sehingga nantinya akan diperoleh suatu grafik yang menyatakan hubungan antara absorbansi dan konsentrasi, dimana absorbansi merupakan sumbu y dan konsentrasi merupakan sumbu x . Grafik yang dihasilkan menunjukkan persamaan regresi linier $y = ax + b$. Pada keadaan ini, konsentrasi dari larutan sampel akan dapat terukur dengan menggunakan persamaan regresi tersebut (Syahputra, 2004). Hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi ditampilkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi

Kelebihan dari metode kurva standar ini yaitu diantaranya waktu yang digunakan lebih efektif dan juga sangat efisien karena dapat menganalisis sampel yang banyak dengan waktu pengerjaan yang cukup singkat. Sedangkan kelemahannya, kurang sensitif untuk dibandingkan dengan adisi standar namun jika memperhatikan faktor waktu, maka metode kurva standar ini lebih unggul

dengan syarat sesuai zat pengoksidasi dan sampel yang akan dianalisis (Nuraini, 2011).

2.7 Pengujian *Two Way Anova*

Pengujian menggunakan Anova atau *Analysis of Variance* merupakan metode penganalisan data yang termasuk pada cabang statistika inferensi. Apabila dalam suatu penelitian digunakan lebih dari dua variabel maka pada uji Anova digunakan uji F. Uji Anova ini merupakan suatu uji yang condong kepada uji hipotesis atau bersifat dugaan.

Pada suatu penelitian yang menggunakan lebih dari satu faktor perlakuan, maka dilakukan uji Anova dua arah yang disebut *Two Way Anova*, tujuannya adalah untuk mengetahui seberapa pengaruh faktor-faktor tersebut terhadap hasil yang diharapkan. Hasil ini dapat dilihat melalui nilai F terhitung. Apabila $F_{hitung} < F_{tabel}$ maka dinyatakan bahwa H_0 itu diterima, sedangkan apabila $F_{hitung} > F_{tabel}$ maka H_0 dinyatakan ditolak. Selain itu H_0 juga ditolak ketika nilai signifikansi $< \alpha$ dan H_0 akan diterima ketika nilai signifikansi $> \alpha$. Apabila *percent recovery* yang dihasilkan dari hasil pengukuran nilainya lebih besar dari 100% kemungkinan disebabkan karena faktor ketidakpastian dalam pembuatan kurva standar, baik dalam proses pembuatan, pengukuran kurva kalibrasi serta pemakaian alat dan juga ketidaktepatan dalam pembacaan skala (Horwitz, 1975).

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada tanggal 6 Juni sampai 11 Agustus tahun 2022 di Laboratorium Kimia Analitik, Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang akan dipergunakan pada penelitian ini diantaranya seperangkat alat instrumentasi Spektroskopi Serapan Atom (SSA) merek *Varian Spectra AA 240*, seperangkat alat refluks, lemari asam, botol kaca, neraca analitik, kaca arloji, spatula, batang pengaduk, pipet volume, pipet tetes, pipet ukur, *beaker glass*, bola hisap, mortar, alu, botol semprot, labu ukur, corong gelas, dan kertas saring *Whatman No.42*.

3.2.2 Bahan

Adapun bahan-bahan yang akan digunakan pada penelitian ini adalah larutan standar $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1000 ppm E-Merck, Triton X-100 E-Merck, H_2O_2 30% Smartlab, HNO_3 65% p.a E-Merck, dan sampel lipstik teregistrasi BPOM dan tidak teregistrasi BPOM (merah muda dan *orange/nude*).

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini adalah jenis penelitian eksperimen laboratorium, yang bertujuan untuk mengetahui kadar logam berat timbal (Pb) pada lipstik teregistrasi BPOM dan tidak teregistrasi BPOM dengan Spektroskopi Serapan Atom menggunakan destruksi basah tertutup serta variasi volume zat pengoksidasi kombinasi HNO₃ 65% dan H₂O₂ 30% dan variasi volume penambahan surfaktan triton X-100 5%. Sifat penelitian ini merupakan penelitian kuantitatif yang menggunakan Rancangan Acak Lengkap (RAL) pola faktorial. Terdapat 2 faktor yaitu variasi volume zat pengoksidasi dan volume surfaktan Triton X-100, sedangkan variabel terikat yang dianalisa adalah kadar timbal (Pb) di dalam sampel lipstik campuran warna merah muda dan *orange/nude*. Kombinasi variasi volume zat pengoksidasi dan volume triton X-100 disajikan pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Kombinasi volume zat pengoksidasi dan surfaktan Triton X-100

Volume Triton X-100	Ulangan (U)	Variasi Volume Zat Pengoksidasi HNO ₃ :H ₂ O ₂ 1:1 (O)				
		10 mL	20 mL	30 mL	40 mL	50 mL
1 mL	1					
	2					
	3					
2 mL	1					
	2					
	3					
3 mL	1					
	2					
	3					

Proses penelitian diawali dengan preparasi sampel, dimana sebanyak 1 gram masing-masing sampel lipstik teregistrasi dan tidak teregistrasi BPOM (merah muda, dan *orange/nude*) dicampur menjadi satu sampai homogen. Kemudian ditambahkan variasi zat pengoksidasi dan Triton X-100 seperti Tabel 3.1. Setelah

itu dilakukan pra destruksi pada suhu ruang selama 24 jam (Maharaj *et al.*, 2021). Kemudian dipanaskan pada refluks dengan suhu 95°C selama 3 jam. Larutan kemudian didinginkan dan disaring menggunakan kertas *Whatman No.42* ke dalam labu ukur 50 mL. Setelah itu ditandabatkan dengan HNO₃ 0,5 M (Dewi dkk, 2019).

Variasi volume zat pengoksidasi dan penambahan Triton X-100 terbaik diketahui dengan melihat hasil kadar logam Pb paling tinggi pada sampel campuran lipstik. Volume zat pengoksidasi dan penambahan Triton X-100 yang memberikan nilai kadar Pb paling tinggi digunakan untuk mendestruksi masing-masing sampel lipstik yang teregistrasi dan tidak teregistrasi BPOM (merah muda dan *orange/nude*). Kemudian setelah didestruksi, masing-masing sampel diukur absorbansinya menggunakan SSA. Kemudian dibuat kurva hubungan absorbansi dengan konsentrasi. Persamaan regresi linier yang diperoleh digunakan untuk menghitung kadar timbal pada masing-masing sampel lipstik teregistrasi dan tidak teregistrasi BPOM.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan-tahapan penelitian yang dilakukan pada judul ini adalah:

1. Preparasi sampel.
2. Pembuatan kurva baku timbal.
3. Penentuan variasi volume optimum zat pengoksidasi dan Triton X-100.
4. Penentuan kadar logam berat timbal (Pb) pada lipstik teregistrasi dan tidak teregistrasi BPOM dengan spektroskopi serapan atom (SSA).
5. Analisis data.

3.5 Metode Penelitian

3.5.1. Preparasi Sampel

Sampel lipstik yang digunakan adalah lipstik teregistrasi BPOM merah muda (B_M), teregistrasi BPOM *orange/nude* (B_o), tidak teregistrasi BPOM merah muda (N_M), dan tidak teregistrasi BPOM *orange/nude* (N_o). Preparasi sampel pada penelitian ini dilakukan dengan menimbang sebanyak 1 gram dari masing-masing sampel yaitu lipstik teregistrasi BPOM dan tidak teregistrasi BPOM berwarna merah muda dan *orange/nude*. Semua warna lipstik ditumbuk menjadi satu sampai homogen.

3.5.2 Pembuatan Kurva Baku Timbal

3.5.2.1 Pembuatan Larutan Standar Timbal 10 ppm

Larutan induk timbal 1000 ppm dipipet sebanyak 0,5 mL. Kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL dan diencerkan menggunakan HNO_3 0,5 M sampai tanda batas dan dihomogenkan.

3.5.2.2 Pembuatan Larutan Standar Timbal 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,8; 1,4 ppm

Larutan timbal konsentrasi 10 ppm diencerkan menjadi 0 ppm; 0,1 ppm; 0,2 ppm; 0,4 ppm; 0,8; dan 1,4 ppm. Kemudian masing-masing larutan dengan konsentrasi 0 ppm; 0,1 ppm; 0,2 ppm; 0,4 ppm; 0,8; dan 1,4 ppm diukur serapannya dengan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 217 nm dengan menggunakan SSA Varian Spectra AA 240 memakai laju alir asetilen pada 2,0 Liter/menit, dan laju udara pada 10 Liter/menit, lebar celah 1,0 nm dan arus lampu katoda 10,0 μA (Dewi dkk, 2019).

3.5.3 Penentuan Volume Optimum Zat Pengoksidasi dan Surfaktan Triton X-100

Penentuan dilakukan dengan menimbang sampel campuran lipstik sebanyak 1 gram dan dimasukkan ke dalam gelas kimia berlabel. Lalu ditambahkan reagen seperti Tabel 3.1. Kemudian dilakukan pra destruksi pada suhu ruang selama 24 jam (Maharaj *et al.*, 2021). Larutan dipindahkan ke dalam labu didih dan dipanaskan pada refluks dengan suhu 95°C sampai jernih selama 3 jam. Larutan kemudian didinginkan dan disaring menggunakan kertas *Whatman No.42* ke dalam labu ukur 50 mL. Setelah itu ditandabatkan dengan HNO₃ 0,5 M. Kemudian dilakukan pengukuran absorbansi pada panjang gelombang 217 nm. Proses ini dilakukan dengan tiga kali pengulangan (Dewi dkk, 2019).

3.5.4 Analisis Kadar Timbal pada Sampel Lipstik

Hasil dari variasi volume zat pengoksidasi dan Triton X-100 yang terbaik dipilih dan diujikan pada masing-masing sampel lipstik yang teregistrasi dan tidak teregistrasi BPOM (merah muda dan *orange/nude*). Kemudian dianalisis pada SSA dengan panjang gelombang 217 nm, serta dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali.

Tabel 3.2 Pengulangan variasi sampel dan volume optimum zat pengoksidasi serta surfaktan Triton X-100

Sampel \ Ulangan	Ulangan		
	U ₁	U ₂	U ₃
Sampel B _m	B _m U ₁	B _m U ₂	B _m U ₃
Sampel B _o	B _o U ₁	B _o U ₂	B _o U ₃
Sampel N _m	N _m U ₁	N _m U ₂	N _m U ₃
Sampel N _o	N _o U ₁	N _o U ₂	N _o U ₃

Keterangan: B_m : lipstik merah muda teregistrasi BPOM; B_o : lipstik *orange/nude* teregistrasi BPOM; N_m : lipstik merah muda tidak teregistrasi BPOM; N_o : lipstik *orange/nude* tidak teregistrasi BPOM.

3.5.5 Analisis Data

Data yang didapatkan setelah proses pengukuran menggunakan spektroskopi serapan atom adalah kadar logam Pb hasil destruksi basah. Data akan menunjukkan hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi, sehingga akan diperoleh nilai *intercept* dan *slope*. Kemudian data-data tersebut dimasukkan ke dalam suatu persamaan regresi linier (Martines *et al.*, 2018).

$$y = ax + b \dots\dots\dots (3.1)$$

Pada hal ini, x merupakan nilai absorbansi dari sampel dan y merupakan nilai konsentrasi dari sampel, sedangkan b adalah *slope* dan a merupakan *intercept*. Selanjutnya, dari persamaan regresi linear kurva standar tersebut maka akan didapatkan nilai absorbansi. Kemudian nilai konsentrasi logam Pb diselesaikan menggunakan persamaan berikut (Dewi dkk, 2019).

$$\text{Kadar Pb} = \frac{B \times fp}{W} \dots\dots\dots (3.2)$$

Keterangannya, fp merupakan faktor pengenceran, W adalah berat dan B merupakan kadar yang terbaca oleh instrumen dalam bentuk mg/Kg.

Tahap selanjutnya yaitu analisis menggunakan *Two Way Anova* pada optimasi variasi volume zat pengoksidasi dan volume triton x-100, karena terdapat lebih dari satu faktor perlakuan. Pada hal ini volume zat pengoksidasi dan volume surfaktan Triton X-100 dilakukan uji dua arah terhadap kadar timbal pada campuran lipstik. Terdapat dua hipotesis yaitu hipotesis awal (H_0) dan hipotesis alternatif (H_1). H_0 akan ditolak ketika F hitung lebih besar daripada F tabel dengan titik signifikansi yang digunakan adalah 0,050. Apabila H_0 ditolak, maka H_1 diterima yang artinya pengaruh volume zat pengoksidasi dan surfaktan Triton X-100

memberikan pengaruh yang signifikan terhadap kadar timbal pada lipstik. Nilai F tabel dapat diperoleh dari tabel F dengan signifikansi 0,05. Kemudian untuk F hitung diperoleh dari analisis menggunakan *software* SPSS.

Penentuan kadar logam Pb pada lipstik BPOM dan tidak teregistrasi BPOM setelah didestruksi dilakukan uji statistik dengan *One Way Anova* untuk mengetahui pengaruh variasi lipstik terhadap kadar logam timbal yang diperoleh. Terdapat dua hipotesis yaitu hipotesis awal (H_0) dan hipotesis alternatif (H_1). H_0 akan ditolak ketika F hitung lebih besar daripada F tabel dengan titik signifikansi yang digunakan adalah 0,05. Apabila H_0 ditolak, maka H_1 diterima yang artinya variasi jenis lipstik memberikan pengaruh yang signifikan terhadap kadar timbal pada lipstik. Nilai F tabel dapat diperoleh dari tabel F dengan signifikansi 0,050 dan F hitung diperoleh dari analisis menggunakan *software* SPSS.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

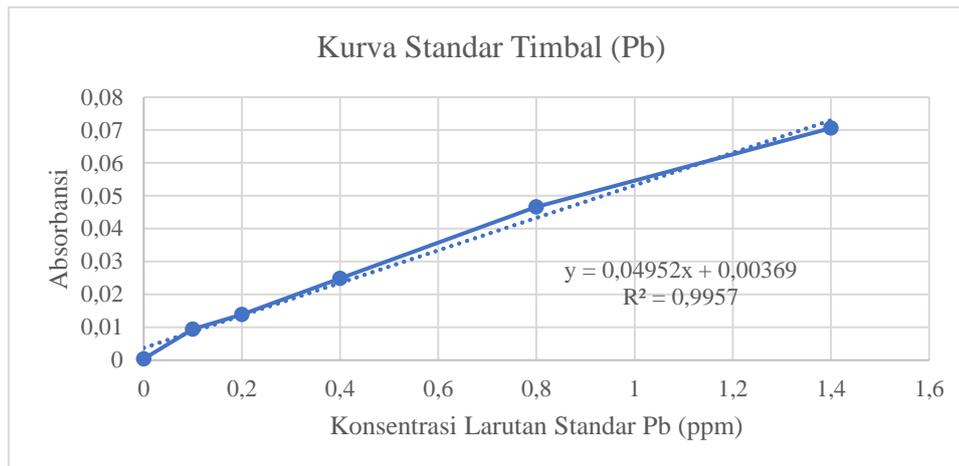
Penelitian dengan judul analisis kadar timbal (Pb) menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA) pada lipstik yang teregistrasi dan tidak teregistrasi BPOM dengan destruksi basah tertutup menggunakan variasi volume zat pengoksidasi dan surfaktan Triton X-100 meliputi beberapa tahapan seperti pembuatan kurva standar timbal, preparasi sampel lipstik, penentuan volume optimum zat pengoksidasi dan surfaktan triton x-100, analisis kadar timbal pada masing-masing sampel lipstik yang teregistrasi dan tidak teregistrasi BPOM, serta analisis data penelitian.

4.1 Pembuatan Kurva Standar Timbal

Pembuatan kurva standar digunakan untuk menentukan konsentrasi unsur yang tidak diketahui dalam suatu larutan. Instrumen dikalibrasi menggunakan larutan yang disebut larutan standar dimana sudah diketahui konsentrasinya. Absorbansi masing-masing larutan standar yang berbeda konsentrasi diukur dan kemudian kurva kalibrasi standar dibuat dengan memplotkan konsentrasi larutan standar dengan absorbansi sehingga didapatkan persamaan regresi linier. Berdasarkan hukum *Lambert-Beer*, absorbansi akan berbanding lurus dengan konsentrasi. Hal ini menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi larutan, maka nilai absorbansi akan semakin besar pula. Kemudian larutan standar dan blanko yang telah dibuat diukur menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA).

Instrumen SSA yang digunakan terlebih dahulu dioptimasi agar diperoleh keadaan yang optimal saat analisis. Banyaknya jumlah atom pada keadaan *ground state* yang akan tereksitasi menunjukkan keadaan yang optimal. Semakin banyak atom, maka semakin banyak pula radiasi cahaya yang terserap sehingga menghasilkan serapan yang maksimum. Radiasi cahaya yang diserap atom memiliki panjang gelombang tertentu, sehingga setiap atom memiliki serapan radiasi yang khas untuk melakukan transisi elektron. Timbal (Pb) memiliki panjang gelombang 217 nm. Radiasi cahaya pada gelombang ini memiliki energi yang mampu menghasilkan spektrum dan intensitas yang tajam ketika timbal melakukan transisi elektron dari keadaan dasar menuju keadaan tereksitasi.

Pengukuran serapan maksimum dengan memvariasikan pada parameter panjang gelombang, arus lampu, laju alir udara, laju alir asetilen, lebar celah, dan tinggi pembakar merupakan bentuk optimasi instrumentasi SSA. Kondisi optimum yang digunakan adalah pada panjang gelombang 217 nm, lebar celah 1,0 nm, laju alir udara 10,0 L/menit, laju asetilen 2,0 L/menit, arus lampu katoda 10,0 μ A serta tinggi pembakar 2,0 nm. Pengaturan laju alir pembakar (asetilen) dan oksidan (udara) berhubungan dengan suhu atomisasi, yang mana dapat menyebabkan proses atomisasi kurang sempurna apabila gas yang digunakan kurang. Pengaturan tinggi pembakar bertujuan untuk memperoleh jumlah atom maksimum sehingga proses *burning* tepat pada lintasan energi. Hasil penelitian pembuatan kurva kalibrasi standar timbal (Pb) ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Kurva kalibrasi standar timbal (Pb)

Hasil penelitian menunjukkan bahwa hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi sesuai dengan hukum *Lambert-Beer* yaitu berbanding lurus. Rentang konsentrasi larutan standar yang dibuat merupakan asumsi kadar timbal yang terbaca pada instrumen SSA yaitu terletak antara 0-1,4 mg/Kg. Regresi linier yang didapatkan pada pembuatan kurva kalibrasi standar timbal (Pb) yang didasarkan pada hukum *Lambert-Beer* berupa $y = ax + b$. Hubungan antara konsentrasi larutan dengan absorbansi yang didapatkan yaitu $y = 0,04952x + 0,00369$ dan nilai koefisien korelasi (R^2) 0,9957. Simbol y menunjukkan absorbansi, x adalah konsentrasi, b merupakan *intercept*, dan a adalah *slope* yang menunjukkan sensitivitas. Kemudian koefisien korelasi (R^2) digunakan untuk uji kelinieritasan. Uji kelinieritasan menyatakan adanya hubungan yang linier antara konsentrasi analit dengan absorbansi, serta untuk menguji keadaan kelinieritasan antara konsentrasi analit dan respon instrumen. Persamaan regresi linier pada Gambar 4.1 memiliki nilai koefisien korelasi 0,9957 dan memenuhi syarat yang ditetapkan oleh SNI ISO/IEC 17025 tahun 2008 yaitu nilai koefisien korelasi diterima apabila $R^2 \geq 0,995$. Nilai koefisien korelasi yang diperoleh menunjukkan bahwa terdapat

hubungan yang linier antara konsentrasi dan absorbansi, sehingga persamaan regresi linier $y = 0,04952x + 0,00369$ dapat digunakan dalam perhitungan konsentrasi timbal pada sampel lipstik ditahap selanjutnya.

4.2 Preparasi Sampel Lipstik

Lipstik yang digunakan pada penelitian ini terdapat 4 sampel diantaranya dua lipstik teregistrasi BPOM dan 2 lipstik tidak teregistrasi BPOM dengan warna yang sama (mirip) yaitu merah muda dan *orange/nude*. Pemilihan warna tersebut didasarkan akan *trend* lipstik yang diminati. Pemilihan sampel dilakukan secara *non probability quota sampling* yaitu pemilihan secara tidak acak dan dilakukan berdasarkan pertimbangan-pertimbangan dari peneliti, dimana jumlah dan kriteria sampel telah ditetapkan seperti tercantum pada batasan serta tujuan penelitian.

Preparasi dilakukan dengan menimbang masing-masing lipstik sebanyak satu gram, kemudian dicampur dan dihaluskan pada mortar agar diperoleh campuran yang homogen. Tujuan pencampuran sampel lipstik dilakukan untuk mengetahui kadar timbal secara umum yang terdapat pada lipstik.



Gambar 4.2 Preparasi sampel lipstik

Sampel yang telah homogen ditimbang kembali sebanyak satu gram ke dalam gelas kimia dan ditambahkan volume zat pengoksidasi berupa gabungan

asam nitrat dan hidrogen peroksida serta surfaktan Triton X-100 seperti Tabel 3.1. Penggabungan zat pengoksidasi antara asam nitrat dan hidrogen peroksida diketahui memberikan hasil yang lebih baik, dimana asam nitrat yang berfungsi melakukan pemutusan logam yang terikat pada senyawa kompleks dan hidrogen peroksida sebagai penyempurna reaksi destruksi (Yawar *et al.*, 2010). Kemudian disimpan selama 24 jam dengan kondisi gelas kimia tertutup untuk mencegah hilangnya senyawa volatil. Penyimpanan sampel selama 24 jam merupakan tahap pra-destruksi dimana hal ini bertujuan untuk mempermudah proses pemutusan ikatan saat destruksi dan mencegah hilangnya sampel saat proses destruksi berlangsung pada suhu yang tinggi sehingga sebelum pelaksanaan destruksi dimulai, komponen-komponen organik yang mudah menguap telah terdekomposisi dan dapat dilakukan destruksi pada suhu tinggi (Lemonte *et al.*, 2008). Sedangkan pada penelitian Maharaj *et al* (2021) menyebutkan bahwa penambahan surfaktan Triton X-100 berfungsi untuk melarutkan zat-zat yang tidak terlarut pada pelarut asam destruksi.

4.3 Penentuan Volume Optimum Zat Pengoksidasi dan Surfaktan Triton X-100

Optimasi volume zat pengoksidasi dan surfaktan Triton X-100 dilakukan untuk mengetahui kinerja optimum dari beberapa volume sehingga dapat diketahui volume yang efektif dalam proses destruksi sampel. Penentuan variasi volume optimum zat pengoksidasi dan surfaktan Triton X-100 dilakukan dengan destruksi basah tertutup atau refluks. Destruksi atau perombakan senyawa organik di dalam sampel dilakukan menggunakan zat pengoksidasi tertentu tunggal maupun

campuran yang dilakukan dengan pemanasan pada suhu tertentu dan terjadi pada sistem tertutup. Metode ini lebih baik dibandingkan dengan destruksi terbuka, sebab hilangnya senyawa-senyawa volatil dapat diminimalisir sehingga proses destruksi dapat berjalan maksimal serta resiko kontaminasi dapat ditekan karena berada dalam sistem tertutup.

Optimasi volume dengan destruksi basah tertutup menggunakan zat pengoksidasi gabungan HNO_3 dan H_2O_2 (1:1) volume 10, 20, 30, 40, dan 50 mL, serta surfaktan Triton X-100 dengan volume 1, 2, dan 3 mL. Pembuatan variasi volume zat pengoksidasi dengan surfaktan Triton X-100 bertujuan untuk mengetahui variasi volume yang paling efektif dalam menentukan kadar timbal yang terdapat pada lipstik. Larutan pendestruksi asam nitrat (HNO_3) akan melakukan perombakan atau pemutusan senyawa organik di dalam lipstik dan disempurnakan oleh hidrogen peroksida (H_2O_2) pada saat destruksi berlangsung.

Proses destruksi juga dibantu dengan penambahan surfaktan non-ionik berupa Triton X-100. Dalam industri kosmetika, Triton X-100 memiliki fungsi sebagai agen pelarut dan pengemulsi. Kandungan-kandungan kosmetik yang terbuat dari bahan dasar seperti minyak dan lilin yang tidak larut pada air dapat dilarutkan oleh Triton X-100. Penambahan surfaktan berfungsi meningkatkan kontak antara lipstik dengan larutan pendestruksi. Pada hal ini lipstik yang merupakan sampel semi padat memiliki kontak dengan pelarut pendestruksi yang kecil sehingga menjadikan proses destruksi kurang maksimal. Adanya surfaktan Triton X-100 mampu meningkatkan kontak dengan larutan pendestruksi sehingga matriks yang bersifat berat, berlemak dan berlilin pada lipstik seperti lilin atau

beewax dapat terlarut ke dalam larutan pendestruksi. Hal ini dikarenakan surfaktan Triton X-100 memiliki gugus hidrofilik dan hidrofobik yang dapat menyatukan campuran air dan minyak dengan menurunkan tegangan permukaan larutan.

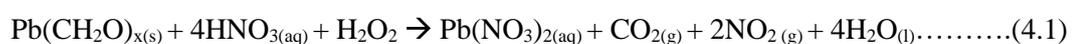
Dugaan mekanisme kerja surfaktan sehingga dapat meningkatkan kelarutan komponen-komponen berat pada lipstik dipengaruhi oleh gugus hidrofilik dan hidrofobik. Pada larutan asam, surfaktan mampu menambah kemampuan pembasah terhadap larutan asam, sehingga larutan asam pendestruksi mudah menembus komponen yang bersifat berat seperti berminyak dan berlemak. Gugus hidrofobik surfaktan Triton X-100 berupa 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)-fenil dengan gugus non polar C-H berinteraksi dipol-dipol dengan gugus C=O *double bond* pada lilin/*beeswax* dan gugus hidrofilik berupa rantai polietilen oksida yang bersifat polar pada gugus O-H berinteraksi dengan air (H₂O) yang bersifat polar dari larutan asam dengan membentuk ikatan hidrogen, sehingga *beeswax* dapat terlepas dari lipstik serta larut dalam larutan asam pendestruksi. Semakin besar jumlah surfaktan yang ditambahkan pada larutan asam berisi sampel lipstik, maka semakin besar pula kemampuan surfaktan dalam melarutkan komponen berat seperti *beeswax* pada lipstik.

Optimasi dilakukan dengan melakukan destruksi basah tertutup pada sampel yang telah ditambahkan variasi pelarut seperti Tabel 3.1. dan didiamkan selama 24 jam. Proses destruksi dilakukan pada labu alas bulat dan dihubungkan dengan kondensor. Kemudian dilakukan pemanasan di atas *hot plate* menggunakan suhu 95°C. Pemanasan dilakukan di bawah suhu asam nitrat dan hidrogen peroksida untuk menghindari hilangnya zat pengoksidasi atau mengalami

penguapan akibat panas. Proses destruksi yang dilakukan selama 3 jam menghasilkan gelembung pada permukaan larutan di dalam labu alas bulat. Gelembung tersebut timbul akibat pemanasan yang menyebabkan sampel mengalami oksidasi.

Destruksi dapat diselesaikan apabila larutan dalam labu alas bulat telah jernih sekaligus sebagai tanda bahwa perombakan logam Pb dalam senyawa organik sampel telah terputus. Lebih tepatnya sampel lipstik mengalami perubahan warna dari merah kebingungan menjadi kuning jernih. Sampel yang sudah didestruksi, didinginkan pada suhu ruang dan disaring ke dalam labu ukur 50 mL untuk diencerkan. Penyaringan larutan hasil destruksi bertujuan untuk memisahkan endapan sampel dan filtrat. Filtrat diencerkan agar larutan tidak terlalu pekat yang dapat memberikan potensi kerusakan pada instrumen SSA serta agar kondisinya serupa dengan larutan standar sehingga analisis yang dilakukan pada instrumen dalam keadaan ideal (Gandjar dan Rohman, 2007). Setelah dilakukan pengenceran, larutan dapat dianalisis dengan instrumen Spektroskopi Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang 217 nm dan dihitung menggunakan metode kurva kalibrasi standar. Banyaknya sampel yang dianalisis menjadi sebab dipilihnya metode kurva kalibrasi standar sehingga proses analisis lebih efektif dan cepat.

Tahap destruksi menggunakan variasi volume zat pengoksidasi gabungan antara asam nitrat dengan hidrogen peroksida (1:1) pada volume 10 mL, 20 mL, 30 mL, 40 mL, dan 50 mL serta surfaktan triton x-100 dengan volume 1 mL, 2 mL, dan 3 mL menghasilkan garam berupa $M-(NO)_x$. Reaksi kimia yang terjadi pada sampel dengan zat pengoksidasi yaitu (Wulandari dan Sukei, 2013):



Reaksi kimia 4.1 merupakan reaksi redoks yang mana $\text{Pb}(\text{CH}_2\text{O})_{x(s)}$ mengalami penguraian yang disebabkan oleh adanya asam nitrat. Reaksi tersebut menghasilkan $\text{CO}_{2(g)}$ dan $2\text{NO}_{2(g)}$ dalam bentuk gas. Pemutusan ikatan terjadi akibat kenaikan tekanan yang disebabkan oleh kedua gas tersebut pada sistem tertutup. Pb yang terikat pada senyawa organik $\text{Pb}(\text{CH}_2\text{O})_{x(s)}$ terputus menjadi garam $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ yang pada proses destruksi diketahui dengan larutan sampel berubah jernih. Kemudian garam ini akan mengalami ionisasi menjadi Pb (II) serta NO_3^- .

Hasil pengukuran kadar timbal pada lipstik dengan variasi volume zat pengoksidasi dan surfaktan Triton X-100 ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Kadar timbal pada lipstik dalam berbagai variasi volume zat pengoksidasi dan surfaktan Triton X-100 dengan *Two Way Anova*

Volume Triton X-100 (mL)	Volume Zat Pengoksidasi (mL)	Rata-Rata (mg/Kg) \pm STD
1 ^a	10 ^a	7,403 \pm 0,526 ^{a,a}
	20 ^b	9,915 \pm 2,879 ^{a,b}
	30 ^c	13,4449 \pm 0,965 ^{a,c}
	40 ^d	19,474 \pm 0,742 ^{a,d}
	50 ^e	16,361 \pm 0,360 ^{a,e}
2 ^b	10 ^a	9,062 \pm 0,907 ^{b,a}
	20 ^b	12,305 \pm 0,637 ^{b,b}
	30 ^c	14,597 \pm 0,444 ^{b,c}
	40 ^d	20,188 \pm 0,354^{b,d}
	50 ^e	18,377 \pm 1,053 ^{b,e}
3 ^a	10 ^a	5,589 \pm 1,684 ^{a,a}
	20 ^b	8,964 \pm 0,864 ^{a,b}
	30 ^c	12,229 \pm 1,364 ^{a,c}
	40 ^d	18,795 \pm 2,294 ^{a,d}
	50 ^e	17,970 \pm 0,674 ^{a,e}

Keterangan: huruf yang berbeda menunjukkan nilai perbedaan yang signifikan dengan tingkat kesalahan 0,050.

Kadar timbal tertinggi yang ditunjukkan oleh Tabel 4.1 bahwa keadaan optimum diperoleh pada volume zat pengoksidasi 40 mL dan Triton X-100 2 mL

yaitu sebesar 20,188 mg/Kg. Hal ini menunjukkan bahwa semakin besar volume zat pengoksidasi yang digunakan, maka kemampuan untuk merombak senyawa organik di dalam lipstik semakin besar pula sehingga kadar timbal yang dihasilkan lebih tinggi. Apabila volume zat pengoksidasi yang digunakan terlalu sedikit maka kekuatan untuk memutus ikatan Pb pada senyawa kompleks kurang (Matuesicz *et al.*, 2003). Begitu pula pada variasi penambahan surfaktan Triton X-100 yang berfungsi untuk melarutkan senyawa-senyawa organik yang tidak larut pada asam, maka semakin banyak surfaktan yang ditambahkan maka semakin banyak senyawa yang terlarut sebab adanya gugus hidrofilik dan hidrofobik yang dapat menyatukan kedua komponen air dan minyak dengan menurunkan tegangan permukaan larutan. Namun penambahan surfaktan pada konsentrasi tertentu, tegangan permukaan larutan akan konstan seiring banyaknya volume yang ditambahkan. Penambahan volume surfaktan yang berlebihan dapat menyebabkan agregasi surfaktan membentuk misel yang disebut dengan *critical micelle concentration* (CMC) dan hasilnya tegangan permukaan menjadi turun dan kemampuan untuk melarutkan juga menjadi turun (Al, 1997). Pada variasi volume zat pengoksidasi dengan 3 mL triton x-100 *trend* yang didapatkan menurun. Hal ini menunjukkan bahwa volume surfaktan yang ditambahkan telah berlebih sehingga mengganggu kinerja larutan pendestruksi. Pada hal ini ketika Triton X-100 yang ditambahkan semakin banyak, maka semakin banyak pula Triton X-100 yang terdapat pada larutan asam, sehingga ketika destruksi dengan pemanasan dilakukan, larutan asam tidak hanya mendestruksi logam Pb tetapi senyawa Triton X-100 juga akan ikut terdestruksi.

Uji *Two Way Anova* untuk mengetahui pengaruh pemberian variasi volume zat pengoksidasi dan volume Triton X-100 terhadap kadar Pb pada lipstik.

Hasil uji menggunakan *Two Way Anova* berdasarkan rancangan acak lengkap dengan kepercayaan 95% menunjukkan bahwa nilai signifikansi seluruh variabel independen terhadap kadar Pb pada lipstik yaitu 0,000 yang mana lebih kecil dari ($\alpha=0,050$) maka seluruh variabel independen (volume zat pengoksidasi dan volume Triton X-100) berbeda signifikan. Berdasarkan nilai F tabel, variasi volume zat pengoksidasi memiliki nilai F hitung (140,180) lebih besar daripada F tabel (2,690) sehingga asumsi H_0 ditolak dan H_1 diterima yang artinya terdapat pengaruh variasi volume zat pengoksidasi dan volume Triton X-100 terhadap kadar timbal pada lipstik. Begitu pula nilai F hitung volume Triton X-100 (12,019) lebih besar daripada F table (3,316) sehingga terdapat pengaruh pemberian volume triton terhadap kadar Pb pada lipstik. Sedangkan F hitung pengujian interaksi volume zat pengoksidasi dengan volume triton x-100 menunjukkan nilai (1.215) lebih kecil daripada F tabel (2,266) maka asumsi H_0 diterima dan H_1 ditolak yang artinya interaksi antara volume zat pengoksidasi dan volume Triton X-100 tidak memberikan pengaruh pada kadar timbal pada lipstik.

Pengujian lanjut (*post hoc test*) menggunakan Tukey HSD dilakukan sebab adanya pengaruh dari variabel volume zat pengoksidasi terhadap kadar timbal pada lipstik dan pengaruh dari variabel volume Triton X-100. Hasil dari uji lanjut pada variasi volume Triton X-100 menunjukkan bahwa volume 1 mL dan 3 mL tidak berbeda nyata dan volume 2 mL berbeda nyata dengan volume 1 mL dan 3 mL. Sedangkan pada variabel zat pengoksidasi, volume 10 mL, 20 mL, 30 mL, 40 mL, dan 50 mL saling berbeda nyata yang ditampilkan pada Tabel 4.3. Oleh sebab itu, maka pada variasi volume zat pengoksidasi 4 mL dan surfaktan 2 mL

merupakan volume optimum yang digunakan untuk tahap selanjutnya yaitu pengukuran kadar timbal pada masing-masing sampel lipstik.

4.4 Pengukuran Kadar Timbal (Pb) pada Lipstik

Pengukuran kadar timbal pada sampel lipstik yang teregistrasi BPOM dan tidak teregistrasi BPOM dilakukan dengan destruksi basah tertutup yang dilakukan selama 3 jam dengan suhu 95°C menggunakan volume optimum zat pengoksidasi antara HNO₃ dan H₂O₂ (1:1) 40 mL serta Triton X-100 pada volume 2 mL. Masing-masing jumlah sampel lipstik teregistrasi BPOM dan tidak teregistrasi BPOM yang dianalisis ada dua dengan warna masing-masing merah muda dan *orange/nude*. Pengukuran kadar Pb rata-rata pada sampel lipstik ditunjukkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Kadar timbal pada lipstik teregistrasi dan tidak terigistrasi BPOM dengan *One Way Anova*

Sampel Lipstik	Kadar Timbal Rata-Rata (mg/Kg) ± STD
BPOM Merah Muda	9,900 ± 0,846 ^a
BPOM <i>Orange/nude</i>	8,878 ± 0,824 ^a
Non-BPOM Merah Muda	13,520 ± 0,899 ^b
Non-BPOM <i>Orange/nude</i>	10,529 ± 1,426 ^a

Keterangan: huruf yang berbeda menunjukkan nilai perbedaan yang nyata dengan tingkat kesalahan 0,050.

Hasil pengukuran kadar timbal pada Gambar 4.2 menunjukkan kadar timbal yang terukur berada di bawah ambang batas menurut BPOM yaitu 20 mg/Kg (BPOM, 2014). Diketahui juga bahwa kadar logam pada lipstik tidak teregistrasi BPOM baik warna merah muda dan *orange/nude* lebih tinggi dibandingkan dengan lipstik teregistrasi BPOM yang memiliki kadar lebih rendah.

Selanjutnya yaitu dilakukan uji *one way ANOVA* untuk mengetahui pengaruh jenis lipstik terhadap kadar timbal yang dihasilkan.

Hasil uji *one way ANOVA* pengaruh jenis lipstik terhadap kadar timbal yang terdapat pada lipstik menunjukkan bahwa nilai *P-value* (0,003) kurang dari $\alpha=0,050$ dan *F-Value* 11,27 lebih besar daripada *F* tabel 4,066. Hal ini menunjukkan bahwa jenis lipstik memiliki pengaruh yang signifikan terhadap kadar timbal pada lipstik, sehingga dilakukan uji lanjut dengan Tukey HSD untuk melihat perbedaan seluruh pasangan rata-rata percobaan. Hasil uji lanjut menggunakan Tukey HSD dapat disimpulkan bahwa produk lipstik tidak teregistrasi BPOM bewarna merah muda berbeda signifikan terhadap produk-produk lainnya yaitu lipstik tidak teregistrasi BPOM warna *orange/nude*, lipstik teregistrasi BPOM warna merah muda, dan lipstik teregistrasi BPOM warna *orange/nude*.

Keberadaan logam timbal pada lipstik dapat disebabkan karena kontaminasi dari alat-alat yang digunakan selama produksi maupun bahan baku. Kontaminasi dari alat dapat disebabkan karena *coating* pada alat dengan adanya campuran timbal sehingga alat lebih tahan terhadap korosi. Selain itu, penggunaan pewarna lipstik juga dapat menjadi sebab kontaminasi seperti warna merah yang terbuat dari $PbO.PbCrO_4$ dan warna orange dari Pb_3O_4 . Kandungan timbal yang tinggi pada lipstik yang tidak teregistrasi BPOM dapat secara sengaja ditambahkan oleh produsen sebab dapat menjadikan warna lipstik lebih menarik, tidak mudah teroksidasi dan tahan air (Utomo, 2005). Pada deret Volta menunjukkan bahwa semakin ke kanan, unsur-unsur akan semakin susah mengalami oksidasi, sehingga timbal yang berada pada urutan ke-13 termasuk pada unsur yang susah dioksidasi yang menyebabkan lipstik tidak mudah hilang saat digunakan.

Islam sebagai agama yang rahmatil lil' alamin juga memberikan perhatian terhadap kecantikan atau keindahan karena Allah maha indah dan juga menyukai keindahan (إِنَّ اللَّهَ جَمِيلٌ يُحِبُّ الْجَمَالَ). Berbagai cara dilakukan kaum hawa untuk menjadi cantik, contohnya melalui berhias. Berhias merupakan sesuatu yang dibolehkan dalam islam. Seorang muslim boleh berhias, namun dengan memperhatikan hal-hal yang dapat menjadikan kebolehan itu menjadi sesuatu yang dilarang. Berhias yang dilarang adalah berhias yang dapat merubah penampilan secara permanen. Pemakaian lipstik merupakan bentuk berhias yang dibolehkan dalam islam, namun penggunaannya harus memperhatikan adab-adab berhias, salah satu adab berhias adalah tidak berlebihan. Allah yang maha indah menyukai keindahan, namun Allah SWT menolak sesuatu yang berlebihan karena dapat memunculkan sifat sombong. Penggunaan lipstik yang berlebihan tidak diperbolehkan karena dapat memberikan dampak negatif dalam jangka panjang untuk pemakai. Seperti dijelaskan dalam surat al-'Araf ayat 31:

يٰٓاٰدَمُ خُذْ وَاٰدَمَ زِيْنَتَكَمْ عِنْدَ كُلِّ مَسْجِدٍ وَكُلُوْا وَاشْرَبُوْا وَلَا تُسْرِفُوْا ۗ اِنَّهٗ لَا يُحِبُّ الْمُسْرِفِيْنَ

Artinya: *“Wahai anak Adam, pakailah pakaianmu yang indah setiap (memasuki) masjid, makan dan minumlah, dan janganlah berlebih-lebihan. Sesungguhnya Allah tidak menyukai orang-orang yang berlebih-lebihan”* (Q.S al-A'raf: 31).

Menurut tafsir al-Misbah menerangkan bahwa pada kalimat terakhir merupakan bentuk ketidakcintaan Allah SWT terhadap hamba-Nya yang melakukan sesuatu secara tidak proporsional atau berlebihan, baik dalam hal beribadah, makan, dan hal yang lainnya. Allah tidak mencintai hal atau perbuatan berlebihan sehingga Allah enggan mencurahkan rahmat serta ganjaran untuk orang-orang yang berlebihan dalam hal apapun (Shihab, 2002). Pada konteks ini megacu pada pemakaian lipstik yang berlebihan, sehingga apabila tertelan dapat

menyebabkan akumulasi logam Pb pada tubuh dan menyebabkan dampak yang kurang baik untuk tubuh. Selain itu penggunaan yang berlebihan juga merupakan bentuk pemborosan dan sifat sombong yang tidak membawa keberkahan untuk diri.

Pemilihan kosmetik juga perlu diperhatikan keamanannya agar tidak mengubah hukum yang awalnya mubah menjadi haram karena membahayakan. Hal yang perlu diperhatikan seperti kandungan-kandungan dalam kosmetik. Sejak perkembangan zaman, kandungan atau bahan-bahan pembuatan kosmetik tidak hanya terbuat dari bahan organik namun juga memakai material kimia untuk memenuhi kebutuhan atau permintaan konsumen tanpa mempertimbangkan efek bagi pemakai. Kandungan kimia yang berbahaya dalam lipstik contohnya adalah timbal (Pb). Cemaran logam berat timbal pada lipstik dapat terjadi akibat material pewarna yang digunakan seperti $PbO.PbCrO_4$. Setelah dilakukan penelitian pada sampel lipstik teregistrasi BPOM dan tidak teregistrasi BPOM, diketahui bahwa pada sampel lipstik yang tidak teregistrasi BPOM memiliki kadar logam timbal (Pb) yang lebih tinggi daripada sampel yang teregistrasi BPOM.

Islam memberikan perhatian penuh untuk merawat diri dengan memperhatikan kesucian maupun kebersihan. Produk yang tidak teregistrasi BPOM seharusnya dihindari sebab tidak terdaftar pada Badan Pengawas Obat dan Makanan (BPOM). Hal ini artinya perizinan dan pengawasan produk tidak terjamin, mulai dari proses pembuatan serta bahan-bahan yang digunakan sehingga memungkinkan adanya material yang berbahaya, material yang tidak suci seperti babi atau hal-hal yang tidak baik lainnya yang dapat mendatangkan malapetaka pada diri dan dapat mengubah hukum pemakaian lipstik yang awalnya halal karena

zatnya menjadi dilarang karena mengandung bahan yang najis atau tidak thayyib, seperti dijelaskan pada surat an-Nahl ayat 114:

فَكُلُوا مِمَّا رَزَقَكُمُ اللَّهُ حَلَالًا طَيِّبًا وَاشْكُرُوا نِعْمَتَ اللَّهِ إِنَّ كُنتُمْ لِيَّاهُ تَعْبُدُونَ

Artinya: “Maka makanlah yang halal lagi baik dari rezeki yang telah diberikan Allah kepadamu; dan syukurilah nikmat Allah, jika kamu hanya menyembah kepada-Nya” (Q.S an-Nahl:114).

Berdasarkan tafsir al-Misbah ayat tersebut memberikan perintah kepada orang mukmin untuk bersyukur kepada Allah terhadap nikmat yang telah diberikan dengan memakan atau menggunakan sesuatu yang halal dan juga thayyib. Bukan hanya sekedar halal atau thayyib, melainkan keduanya harus terpenuhi (Nuraini, 2018). Allah mengganti nikmat tersebut dengan keburukan terhadap orang-orang yang mengingkari nikmat Allah. Seperti halnya cemaran logam Pb pada lipstik dapat menjadikan lipstik yang semula thayyib menjadi tidak baik karena adanya cemaran yang berasal dari bahan maupun kontaminasi alat saat produksi dan seiring berjalannya waktu akan menimbulkan akumulasi pada tubuh sehingga tubuh dapat mengalami keracunan, seperti gangguan peredaran darah, pusing, gangguan sistem reproduksi dan gangguan pencernaan (Widowati, dkk. 2008).

Segala sesuatu yang mendatangkan mudharat untuk diri perlu dihindari dan segala sesuatu yang mendatangkan kemaslahatan seperti yang dijelaskan dalam kaidah fikih *درء المفاسد مقدم على جلب المصالح* (*dar'u al-mafasid muqaddamu 'ala jalbi al-mashalih*) diambil sebagai bentuk generasi *ulul albab* yang senantiasa berpikir dengan akalunya untuk mensyukuri nikmat Allah, contohnya dengan cara memilih produk yang telah teregistrasi BPOM maupun yang halal. Seperti dijelaskan pada surat Ali-Imran ayat 190-191:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ . الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَاطِلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ .

Artinya: “*Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan pergantian malam dan siang terdapat tanda-tanda (kebesaran Allah) bagi orang yang berakal. (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri, duduk atau dalam keadaan berbaring, dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata), "Ya Tuhan kami, tidaklah Engkau menciptakan semua ini sia-sia; Mahasuci Engkau, lindungilah kami dari azab neraka”* (Q.S Ali-Imran:190-191).

Tafsir al-Misbah surat ali-imran imran ayat 190-191 tersebut berdasarkan karangan Quraish Shihab menjelaskan bahwa ayat ini menyeru kepada hamba Allah agar senantiasa berpikir terhadap apa-apa yang ciptakan Allah SWT, seperti adanya bulan, bintang, matahari, perputaran bumi, adanya siang dan malam, merupakan tanda-tanda keagungan Allah bagi seorang ulul albab, yaitu umat manusia yang senantiasa berdzikir atau terus menenrus mengingat Allah dalam kondisi apapun secara lisan maupun di dalam hati. Obyek dari berdzikir adalah Allah SWT dan obyek akal pikiran merupakan semua makhluk yang diciptakan oleh Allah SWT. Akal bebas berfikir seluas-luasnya untuk memikirkan kejadian alam, namun terbatas dalam memikirkan dzat Allah SWT. Salah satu implementasi dari seorang ulul albab yaitu melakukan penelitian.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilaksanakan, maka dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Variasi volume zat pengoksidasi terbaik berada pada volume 40 mL sedangkan volume terbaik surfaktan Triton X-100 sebanyak 2 mL dengan kadar timbal yang dihasilkan sebesar 20,188 mg/Kg.
2. Kadar logam timbal pada lipstik tidak teregistrasi BPOM warna merah muda sebesar 13,520 mg/Kg, tidak teregistrasi BPOM warna *orange/nude* 10,529 mg/Kg, teregistrasi BPOM warna merah muda 9,900 mg/Kg, dan teregistrasi BPOM warna *orange/nude* 8,878 mg/Kg. Kadar Logam timbal (Pb) yang tidak teregistrasi BPOM lebih tinggi dibandingkan lipstik teregistrasi BPOM.

5.2 Saran

Adapun beberapa saran untuk penelitian selanjutnya agar penelitian dapat berkembang adalah:

1. Disarankan agar dilakukan *sampling* pada bagian lipstik secara menyeluruh dalam pengukuran kadar logam timbal pada lipstik.
2. Perlu dilakukan pengukuran kadar logam berat selain timbal pada lipstik.
3. Disarankan untuk mencoba metode destruksi lainnya seperti *microwave digestion* yang lebih efisien terhadap waktu dan memberikan hasil maksimal.

DAFTAR PUSTAKA

- Adytiowati, P. 2014. BPOM Rilis 10 Kosmetik Berbahaya, Apa Saja?. <http://www.tempo.co/read/news/2014/12/19/060629716/BPOMRilis10kosmetikBerbahaya-Apa-Saja>. Diakses pada 06 Agustus 2021.
- Al, Heru Pratomo. 1997. Mencuci Tidak Harus dengan Detergen yang Banyak. *Cakrawala Pendidikan*. No.2.
- Anderson, R. 1987. *Sample Pretreatment and Separation*. New York: John Willey & Sons.
- A-Rifa'i, Muhammad Nasib. 1999. *Tafsir Ibnu Katsir, Jilid 2*. Jakarta: Gema Insani Press.
- Balsam, M. S., dan Sagarin, E. 1972. *Cosmetic Science and Technology*. Volume I Edisi Kedua. London: John Wiley and Sons.
- Barel A. O; Paye, M and Maibach H. I. 2009. *Handbook of Cosmetic Science and Technology*. 3rd Edition. New York: Informa Healthcare USA Inc.
- Batıgöç, Çiğdem; Halide, Akbaş dan Mesut, Boz. 2011. Thermodynamics of non-ionic surfactant Triton X-100-cationic surfactants mixtures at the cloud point. *The Journal of Chemical Thermodynamics*. Vol. 43.
- Batista, Érica Ferreira; Augusto, Amanda dos Santos dan Pereira-Filho, Edenir Rodrigues. 2015. Determination of Cd, Co, Cr, Cu, Ni and Pb in cosmetic samples using a simple method for sample preparation. *Anal.Methods*. 329-335.
- Boybull 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.
- [BPOM RI] Badan Pengawas Obat dan Makanan. 2014. Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Nomor 17 tahun 2014 Tentang Perubahan Atas Peraturan Kepala BPOM Nomor HK. 03.1.23.07.6662 Tahun 2011 Tentang Persyaratan Cemar Mikroba dan Logam Berat dalam Kosmetika. Jakarta: BPOM RI.
- [BPOM RI] Badan Pengawas Obat dan Makanan. 2015. Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Nomor Republik Indonesia Nomor 19 Tahun 2015 Tentang Persyaratan Teknis Kosmetika. Jakarta: BPOM RI.

- Dantas, T. N. C; Moura, M. C. P. A; Neto, D. A. A; Pinheiro, F. S. H. T dan Neto B. E. L. 2007. The Use Of Microemulsion And Flushing Solutions to Remediate Diesel-Polluted Soil. *Brazilian Journal of Petroleum And Gas*. Volume 1, Nomor 1: 26-33.
- Day, R. A. dan Underwood, A. L. 1989. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta: Erlangga.
- Demirel, S; Tzen, M; Saracoglu, S dan Soylak, M. 2008. Evaluation of Various Digestion Procedures for Trace Element Contents of Some Food Materials. *Journal of Hazardous Materials*. 152: 1020-1026.
- Dewi, Asiska Permata; Sri Kartini dan Deri Islami. 2019. Analisa Cemar Timbal Pada Lipstik Cair Menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). *JOPS (Journal Of Pharmacy and Science)*. Volume 2 (2): 1-6.
- Dewi, Diana C; Mahmudah, Rif'atul; Kumalawati, Oktrin K dan Amalullia, Diana. 2019. Analisis Kadar Timbal (Pb) pada Bedak Tabur dan Eyeshadow dengan Variasi Metode Destruksi dan Zat Pengoksidasi dengan Spektroskopi Serapan Atom. *Journal of Chemistry*. Volume 7, Nomor 1: 1-6.
- Draeos, Z. D. 2015. *Cosmeuticals: Procedures in Cosmetic Dermatology*. 3rd ed. USA: Elsevier.
- Fardiaz, Srikandi. 1992. *Polusi Air dan Udara*. Yogyakarta: Canisius.
- Finisa, H; Widiharih, T dan Mukid, Moch. Abdul. 2017. Pemilihan Merek Lipstik Terfavorit dengan berbasis GUI MATLAB. Volume 6, Nomor 3.
- Furi, Trievita Anna dan Coniwanti, Pamilia. 2012. Pengaruh Perbedaan Ukuran Partikel Dari Ampas Tebu Dan Konsentrasi Natrium Bisulfit (NaHSO₃) Pada Proses Pembuatan Surfaktan". *Jurnal Teknik Kimia*. Volume 18 Nomor 4.
- Gandjar, I. G dan Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Gusnaldi. 2007. *Instant make-up*. Jakarta: Gramedia Pustaka Utama.
- Gusnita, D. 2012. Pencemaran Logam Berat Timbal (Pb) Di Udara Dan Upaya Penghapusan Bensin Bertimbal. *Jurnal Berita Dirgantara*. Volume 13 (3): 95-101.
- Hepp, N. M; Mindak, W. R dan Cheng, J. 2009. Determination Of Total Lead in Lipstik: Development and Validation of a Microwave-Assisted Digestion, Inductively Coupled Plasma±Mass Spectrometric Method. *Journal of*

Cosmetic Science. 60: 406.

- 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]. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Horwitz, W. 1975. *Official Methods of Association of Official Analytical Chemistry*. 12th ed. New York: McGraw-Hill.
- Ishak, I; Rosli, F.D; Mohamed, J dan Ismail, M. F. M. 2015. Comparison of Digestion Method for The Determination of Trace Elements and Heavy Metals in Human Hair and Nails, Malays. *J. Med. Sci.* Volume 22 (6):11–20.
- Jaya, Farida dan Guntarti, Kamal. 2013. Penetapan Kadar Pb pada Shampoo Berbagai Merk dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom. *Jurnal Pharmacia*. Volume 3 (2): 9-13.
- Jellinek, J. S. 1970. *Formulation and Function of Cosmetics*. New York: Wiley Interscience.
- Kalaskar, M. M. 2012. Quantitative Analysis of Heavy Metals from Vegetables of Amba Nalain Amravati District. Der Pharma Chemical. *Journal of Scholars Research Library*. Volume 4 (6): 2373- 2377.
- Khopkar, S. M. 2010. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI-Press.
- Maharaj, D; Mohammed, T; Mohammed, A dan Addison, L. 2021. Enhanced Digestion Of Complex Cosmetic Matrices For Analysis of As, Hg, Cd, Cr, Ni, and Pb Using Triton X-100. *MethodsX*. 101241.
- Maria, S. 2009. Penentuan Kadar Logam Besi (Fe) dalam Tepung Gandum Dengan Cara Destruksi Basah Dan Destruksi Kering Dengan Spektrofotometer Serapan Atom Sesuai Standar Nasional Indonesia (SNI) [Skripsi]. Medan: Program Sarjana Universitas Sumatera Utara.
- Martines; Sholeha, A; Madyawati, L dan Havizur, R. 2018. Analisis Logam Timbal (Pb) pada Lipstik yang Beredar di Kecamatan Pasar Jambi. *Jurnal Farmasi Dan Ilmu Kefarmasian Indonesia*. Volume 5 (2): 69.
- Matusiewicz, H. 2003. Wet Digestion Methods, *Comprehensive Anal. Chem.* 193–233.
- Natasya, Rahma. 2020. Penentuan Kadar Logam Berat Timbal (Pb) pada Kerang Darah (*Anadara granosa*) dengan Metode *Microwave Digestion* Menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (AAS) [Skripsi]. Malang: UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.

- Nasir, M. 2019. *Spektrofotometri Serapan Atom*. Aceh: Syiah Kuala University Press.
- Nuraini. 2018. Halalan Thayyiban Alternatif Qurani untuk Hidup Sehat. *Al-Mu'ashirah*. Vol.15 No.1.
- Nuraini, T. 2011. Metode Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) Dalam Sosis Kaleng Menggunakan Destruksi Basah Dengan Variasi Zat Pengoksidasi Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA) [Skripsi]. Malang: Program Sarjana UIN Malang.
- Palar, H. 2008. *Pencemaran Dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta: Rineka Cipta.
- Poucher, J. 2000. *Poucher's Perfume, Cosmetics and Soap*. 10th Edition. Netherlands: Kluwer Academic.
- Rifqi I. A; Dewi D. C., dan Naschihuddin, A. 2015. Penentuan Kadar Merkuri (Hg) dalam Krim Pemutih Menggunakan Destruksi Basah Tertutup Secara Spektroskopi Serapan Atom Uap Dingin (SSA-UD). *Journal Of Chemistry*. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Rochyatun, E dan Rozak, A. 2007. Pemantauan Kadar Logam Berat Dalam Sedimen Di Perairan Teluk Jakarta. *Makara Sains*. Volume. 11 (1): 28-36.
- Rosalina, Rosi. 2021. Analisis Ion Logam Berat Pb Dan Cr Pada Lipstik Yang Beredar Di Pasar Raya Kota Padang Dengan Metoda Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) [Skripsi]. Padang: Universitas Andalas.
- Rowe, P. J. 2009. *Handbook of Pharmaceutical Excipient*. USA: The Pharmaceutical Press.
- Shihab, M. Quraish. 2002. *Tafsir al_Misbah, Pesan Kesan dan Keserasian al-Quran*. Jakarta: Penerbit Lentera Hati.
- Sihite, H. M. 2015. Analisis Kandungan Timbal pada Lipstik Impor dan dalam Negeri Serta Tingkat Pengetahuan Konsumen dan Pedagang Terhadap Lipstik yang Beredar di Pasar Petisah Kota Medan [Skripsi]. Medan: Fakultas Kesehatan Masyarakat USU.
- Sukender, Kumar; Jaspreet, Singh; Shena, Das dan Munish, Garg. 2012. AAS Estimation of Healthy Metals and Trace Elements in Indian Herbal Cosmetic Preparations. *Research Journal of Chemical Sciences*. Volume. 2 (3): 46-51.
- Sukriya, Ikha Novita Ma'wa. 2011. Formulasi Surfaktan untuk Screening Awal Chemical Flooding Pada EOR (Enhanced Oil Recovery) [Skripsi]. Depok: Program Sarjana Universitas Indonesia.

- Sumardjo, D. 2009. *Pengantar Kimia : Buku Panduan Kuliah Mahasiswa Kedokteran Dan Program Strata I Fakultas Bioeksakta*. Jakarta: EGC.
- Surani, R. 2002. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta: Rineka Cipta.
- Syahputra, R. 2004. *Modul Pelatihan Instrumentasi AAS*. Laboratorium Instrumentasi Terpadu: UIL.
- Tranggono, R.I., dan Latifah, F. 2007. *Buku Pegangan Ilmu Pengetahuan Kosmetik*. Jakarta: PT. Gramedia Pustaka Utama.
- Utomo, T. A. T. 2005. *Health Quotient Cerdas Kesehatan Untuk Eksekutif*. Jakarta: Grasindo.
- Wahidin. 2009. Analisis Zat Besi Dari Susu Sapi Murni dan Minuman Susu Fermentasi Yakult, Calpico dan Vitacharm Secara Destruksi dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) [Tesis]. Medan: Universitas Sumatera Utara.
- Widowati, W; Sastiono, A dan Rumampuk, R. J. 2008. *Efek Toksik Logam Pencegahan Dan Penanggulangan Pencemaran*. Yogyakarta: Andi.
- Xiao, J. 2004. *Sample Preparation and Heavy Metal Determination by Atomic Spectroscopy*. Kanada: Department of Chemistry Brock University.
- Yatimah, Y. D. 2014. Analisa Cemar Logam Berat Kadmium dan Timbal pada Beberapa Merek Lipstik yang Beredar di Daerah Ciputat dengan Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) [Skripsi]. Jakarta: UIN Syarif Hidayatullah.
- Yawar, W; K. Naeem; P. Akhter; I. Rehana dan M. Saeed. 2010. Assesment of Three Digestion Procedures for Zn Contents in Pakistani Soil by Flame Atomic Absorption Spectrophotometry. *Journal of Saudi Chemical Society*. Volume 14: 125-129.