

**ANALISIS KADAR TIMBAL (Pb) PADA EYESHADOW DENGAN VARIASI
ZAT PENGOKSIDASI DAN METODE DESTRUKSI BASAH
MENGUNAKAN SPEKTROKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

SKRIPSI

Oleh :
DIANA AMALULLIA
NIM. 12630020



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2016**

**ANALISIS KADAR TIMBAL (Pb) PADA EYESHADOW DENGAN VARIASI
ZAT PENGOKSIDASI DAN METODE DESTRUKSI BASAH
MENGUNAKAN SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

SKRIPSI

Oleh :
DIANA AMALULLIA
NIM. 12630020



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2016**

**ANALISIS KADAR TIMBAL (Pb) PADA EYESHADOW DENGAN VARIASI
ZAT PENGOKSIDASI DAN METODE DESTRUKSI BASAH
MENGUNAKAN SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

SKRIPSI

Oleh :
DIANA AMALULLIA
NIM. 12630020

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

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2016**

**ANALISIS KADAR TIMBAL (Pb) PADA EYESHADOW DENGAN VARIASI
ZAT PENGOKSIDASI DAN METODE DESTRUKSI BASAH
MENGUNAKAN SPEKTROKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

SKRIPSI

Oleh:
DIANA AMALULLIA
NIM. 12630020

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal : 13 September 2016

Pembimbing I



Diana Candra Dewi, M. Si

NIP. 19770720 200312 2 001

Pembimbing II



Ahmad Abtokhi, M. Pd

NIP. 19761003 200312 1 004

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia




Elok Kamilah Hayati, M. Si
NIP. 19790620 200604 2 002

**ANALISIS KADAR TIMBAL (Pb) PADA EYESHADOW DENGAN VARIASI
ZAT PENGOKSIDASI DAN METODE DESTRUKSI BASAH
MENGUNAKAN SPEKTROKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

SKRIPSI

Oleh:
DIANA AMALULLIA
NIM. 12630020

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal : 13 September 2016**

Penguji Utama	: Elok Kamilah Hayati, M.Si NIP. 19790620 200604 2 002	(.....)
Ketua Penguji	: Rif'atul Mahmudah, M.Si NIPT. 19830125 201608 01 2068	(.....)
Sekretaris Penguji	: Diana Candra Dewi, M.Si NIP. 19770720 200312 2 001	(.....)
Anggota Penguji	: Ahmad Abtokhi, M. Pd NIP. 19761003 200312 1 004	(.....)

**Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia**



Elok Kamilah Hayati, M. Si
NIP. 19790620 200604 2 002

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertandatangan dibawah ini :

Nama : Diana Amalullia
NIM : 12630020
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : Analisis Kadar Timbal (Pb) Pada *Eyeshadow* Dengan Variasi Zat Pengoksidasi Dan Metode Destruksi Basah Menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

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 kemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 13 September 2016

Yang membuat pernyataan,



Diana Amalullia
NIM. 12630020

TERIMA KASIH KU PERSEMBAHKAN...

- ✚ Allah SWT dan Rasul-Nya
- ✚ Bapak ibuku tercinta.. meski aku yang tak pernah tinggal seataap dengan kalian, namun aku yakin do'a kalian selalu tercurah kepada gadis kecil kalian ini ☺
- ✚ Bapak ibu guru dari RA, MIN,MTSN, MAN.. tak lupa juga kepada dosen-dosen KIMIA UIN Maliki Malang (KEMENAG dulu dari kecil).. maafkan anakmu ini bapak ibu yang terkadang suka bandel, kadang suka ngobrol saat diajar karena terlalu lelah dan mengantuk.. maafkeun ☺ mbak iss,mbak ana, mas dan mbak laboran.. terimakasih lho
- ✚ Teman teminku sekalian.. hai Rudi Tabuty : aktivis geng nur elis (kangean) terimakasih telah mengenalkan pulau kangean untukku yang ku tak pernah tau letak sebelumnya ☺ sunaria dan mardipi (Bangil punya) thankies kies kies tiada tara☺sudamay (gresik) tak ada kata apapun untukmu☺dinda atikah cantik (pasuruan) terimakasih sering menjadi dosen dadakan kita semua☺
- ✚ KIMIA A lopers~ "gak ribet dulu pemirsa" kesan utama dari kalian.. maafkan bahasa AG-ku yang membuat kalian kadang tak paham.. hhe. Terimakasih pernah mengukir cerita di hidupku~
- ✚ Dan semuanya yang tak perlu kusebutkan satu persatu karena lembar kertas ini tak akan cukup untuk menuliskan kebaikan kalian semua.. sekali lagi terimakasih ☺

Sincerely,

Nyai Bathiniyah

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah dengan rasa syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT yang Maha Pengasih lagi Maha Penyayang, yang mana dengan limpahan rahmat, taufik, dan hidayah-Nya, penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan semaksimal mungkin, walaupun masih jauh dari kesempurnaan. Semoga dari apa yang kami upayakan ini dapat bermanfaat bagi kita semua.

Shalawat serta salam semoga tetap tercurahkan kepada junjungan kita, Nabi Muhammad SAW yang karena ajaran beliau kita dapat menuju jalan yang lurus, jalan yang diridhoi dan bukan jalan orang sesat yang dimurkai. Semoga Allah melimpahkan kepada beliau, rahmat yang sesuai dengan keutamaan sebagai pahala atas amal perbuatan beliau, serta kepada semua keluarga, sahabat, para pengikut dan juga pencintanya yang senantiasa meneruskan perjuangan sampai saat ini hingga akhir zaman.

Penyusunan skripsi ini dimaksudkan sebagai salah satu syarat untuk menyelesaikan tugas akhir di Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

Dalam menyelesaikan penulisan skripsi ini tidak lepas dari bimbingan, nasehat, petunjuk serta bantuan dari semua pihak. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis mengucapkan terimakasih kepada :

1. Prof. Dr. H. Mudjia Rahardjo, M.Si selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Dr. Hj.Bayyinatul M, drh, M.Si selaku dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Elok Kamilah Hayati ,M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains danTeknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Diana Candra Dewi, M.Si selaku dosen pembimbing penelitian yang telah banyak meluangkan waktu untuk membimbing, memotivasi, mengarahkan dan memberi masukan dalam penulisan skripsi ini.
5. Rif'atul Mahmudah, M. Si selaku konsultan dalam penulisan skripsi ini.
6. Ahmad Abtokhi, M. Pd selaku pembimbing agama dalam penulisan skripsi ini.

7. Seluruh Dosen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengalirkan ilmu, pengetahuan, pengalaman, wacana dan wawasannya, sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.
8. Bapak dan Ibu tercinta sebagai orang tua serta saudara-saudara yang selalu memberi motivasi kepada kami. Perjuangan dan keikhlasan kalian membuat kami malu untuk tidak berprestasi dan berkarya.
9. Teman-teman Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberi motivasi, informasi, dan masukannya pada penulis yang telah memberikan motivasi dalam penulisan skripsi ini.
10. Kepada semua pihak yang secara langsung maupun tidak langsung telah ikut memberikan bantuan dan motivasi selama penulisan skripsi ini sampai dengan selesai disusun, yang tidak bisa kami sebutkan satu persatu.

Teriring do'a dan harapan semoga apa yang telah mereka berikan kepada penulis, mendapatkan balasan yang lebih baik dari Allah SWT. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi kita semua dan dapat digunakan sebagai syarat untuk menyelesaikan tugas akhir di Jurusan Kimia ini. Amin.

Malang, 13 September 2016

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGAJUAN	ii
HALAMAN PERSETUJUAN	iii
HALAMAN PENGESAHAN	iv
HALAMAN PERNYATAAN	v
HALAMAN PERSEMBAHAN	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR GAMBAR.....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
ABSTRAK	xv
 BAB I PENDAHULUAN.....	 1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	6
1.3 Tujuan Penelitian	7
1.4 Batasan Masalah.....	7
1.5 Manfaat Penelitian	7
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	 9
2.1 <i>Eyeshadow</i>	9
2.2 Bahan Baku Pembuatan <i>Eyeshadow</i>	9
2.3 Timbal	12
2.3.1 Karakteristik Timbal.....	12
2.3.2 Toksisitas Timbal.....	14
2.3.3 Sumber Potensi Logam Timbal pada <i>Eyeshadow</i>	16
2.4 Destruksi	16
2.4.1 Destruksi Basah.....	17
2.4.1.1 Destruksi Basah Terbuka	18
2.4.2.2 Destruksi Basah Tertutup	18
2.4.2 Destruksi Kering	18
2.5 Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).....	19
2.5.1 Prinsip Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)	19
2.5.2 Cara Kerja SSA.....	20
2.5.3 Instrumentasi SSA.....	21
2.5.4 Gangguan Pada SSA	24
2.5.5 Kelebihan dan Keterbatasan SSA	24
2.6 Penelitian-penelitian Mengenai Kandungan Timbal Pada <i>Eyeshadow</i>	25
2.7 Analisis Data <i>Two Way Annova</i>	27
2.7 Kajian tentang Berhias \dalam Islam	28
 BAB III METODOLOGI PENELITIAN	 29
3.1 Desain Penelitian.....	31
3.2 Alat dan Bahan.....	32
3.2.1 Alat.....	32

3.2.2 Bahan	32
3.3 Tahapan Penelitian	32
3.4 Metode Penelitian.....	33
3.4.1 Pengambilan sampel	33
3.4.2 Pembuatan Larutan Standar Timbal.....	33
3.4.2.1 Pembuatan Larutan Standar Timbal 10 ppm.....	33
3.4.2.2 Pembuatan Larutan Standar Timbal 0 ppm; 0,1 ppm; 0,2 ppm; 0,4 ppm, 0,8 ppm; dan 1 ppm	33
3.4.2.3 Pembuatan Kurva Baku Timbal	33
3.4.3 Preparasi sampel	33
3.4.4 Penentuan Zat Pengoksidasi Terbaik Kadar Timbal Menggunakan Destruksi Basah	34
3.4.4.1 Destruksi Basah Terbuka	34
3.4.4.2 Destruksi Basah Tertutup	34
3.5 Analisis Kadar Timbal Pada Variasi Sampel Dengan Metode Destruksi yang Terbaik	35
3.6 Analisis Data	36
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	41
4.1 Pemilihan Sampel	41
4.2 Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb)	42
4.3 Penentuan Zat Pengoksidasi Terbaik Menggunakan Variasi Metode Destruksi Basah	45
4.4 Penentuan Kadar Timbal Pada <i>Eyeshadow</i> Dengan Zat Pengoksidasi Terbaik Menggunakan SSA	52
4.5 Kajian Mengenai Pigmen Pada <i>Eyeshadow</i> Dalam Perspektif Islam	54
BAB IV PENUTUP	55
5.1 Kesimpulan	55
5.2 Saran.....	55
DAFTAR PUSTAKA	57
LAMPIRAN	61

DAFTAR TABEL

3.1 Zat Pengoksidasi	35
3.2 Variasi Sampel dan Pengulangan Zat Pengoksidasi	36
3.3 Variasi Metode Destruksi dan Zat Pengoksidasi	38
4.1 Parameter Pengukuran Pb Secara SSA	41
4.2 Rata-rata Nilai Pb (ppm) dengan Variasi Destruksi Basah dan Zat Pengoksidasi	45
4.3 Data Analisis Statistik.....	49

DAFTAR GAMBAR

2.5.3 Instrumentasi SSA	18
4.1 Kurva Standar Timbal (Pb)	42
4.1 Penentuan Metode Destruksi dan Zat Pengoksidasi Terbaik.....	46
4.2 Rata-rata Kadar Timbal Sampel <i>Eyeshadow</i>	50



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Diagram Alir..... 60

Lampiran 2 Perhitungan..... 64

Lampiran 3 Analisis Statistika 67

Lampiran 4 Tabel Kosmetika Berbahaya..... 81

Lampiran 5 Dokumentasi..... 84



Abstrak

Amalullia, Diana. 2016. Analisis Kadar Timbal Pada *Eyeshadow* dengan Variasi Zat Pengoksidasi dan Metode Destruksi Basah Menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Skripsi Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I : Diana Candra Dewi, M. Si, Pembimbing Agama : Ahmad Abtokhi, M. Pd, Pembimbing Konsultan : Rif'atul Mahmudah, M. Si.

Kunci : *eyeshadow*, timbal, destruksi basah, zat pengoksidasi, Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Eyeshadow merupakan salah satu jenis sediaan kosmetik rias atau dekoratif yang berisi pigmen warna yang diaplikasikan pada kelopak mata. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, *eyeshadow* yang beredar di masyarakat dapat mengandung timbal dalam konsentrasi yang relatif tinggi. Penggunaan *eyeshadow* dalam jangka panjang dapat menyebabkan iritasi pada mata. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan zat pengoksidasi dan metode destruksi basah terbaik dan mengetahui kadar timbal yang ada pada *eyeshadow* menggunakan SSA.

Tahapan yang dilakukan pada penelitian ini meliputi sampel *eyeshadow* dengan warna yang berbeda dicampur kemudian didestruksi dengan metode destruksi basah terbuka dan tertutup menggunakan variasi komposisi zat pengoksidasi HNO_3 30 mL; HNO_3 : HClO_4 (2:1); HNO_3 : HClO_4 (3:1); HNO_3 : HClO_4 (4:1); HNO_3 : HClO_4 (5:1). Hasil zat pengoksidasi dan metode destruksi basah yang terbaik diujikan pada masing-masing sampel *eyeshadow*. Penentuan kadar timbal diukur menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).

Hasil analisis *Two Way Anova* menunjukkan bahwa zat pengoksidasi dan metode destruksi basah terbaik untuk analisis kadar timbal pada *eyeshadow* adalah HNO_3 : HClO_4 (2:1) dengan metode destruksi basah tertutup. Kadar timbal pada masing-masing sampel *eyeshadow* yaitu 25,56 mg/kg (warna hitam nonBPOM); 34,23 mg/kg (warna hitam BPOM); 45,3 mg/kg (warna hijau nonBPOM); dan 45,9 mg/kg (warna hijau BPOM). Berdasarkan hasil tersebut dapat diketahui bahwa semua sampel *eyeshadow* yang diuji pada penelitian ini mengandung kadar timbal yang telah melebihi batas maksimal yang ditetapkan oleh Badan Pengawas Obat dan Makanan (BPOM).

Abstract

Amalullia, Diana. 2016. Analysis of Lead Levels In Variation Eyeshadow with oxidizers Substances and Methods Wet Destruction Using Atomic Absorption Spectroscopy (AAS). Thesis Chemistry Department, Faculty of Science and Technology of the State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. The main Supervisor: Diana Candra Dewi, M. Si, Supervisor Religion: Ahmad Abtokhi, M. Pd, Supervising Consultant: Rif'atul Mahmudah, M. Si.

Keywords: *eyeshadow*, lead, wet digestion, oxidizing agent, Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)

Eyeshadow is one type of makeup or a decorative cosmetic preparations that contain color pigments applied to the eyelid. Eyeshadow may contains lead in high concentrations. The used in the long term it can cause eye irritation. The research aims to determine the best oxidizing agent and wet digestion method and determine lead contained in the eyeshadow using AAS.

Steps in this research include the sample eyeshadow with different colors are mixed and then digested with open and close wet digestion method using variation of oxidizing agent HNO_3 30 mL; HNO_3 : HClO_4 (2: 1); HNO_3 : HClO_4 (3: 1); HNO_3 : HClO_4 (4: 1); HNO_3 : HClO_4 (5: 1). Result from the best oxidising agent and and wet digestion method tested on each sample eyeshadow. Determination of lead levels measured using Atomic Absorption Spectroscopy (AAS).

Two Way Anova analysis show that the best oxidizing agent and wet destruction method for the analysis of lead content in the eyeshadow is HNO_3 : HClO_4 (2:1) with close wet digestion method. Lead levels in each sample eyeshadow is 25.56 mg/kg (black nonBPOM); 34.23 mg/kg (black BPOM); 45.3 mg/kg (green nonBPOM); and 45.9 mg/kg (green color BPOM). Based on these results it can be seen that all samples eyeshadow contain lead levels that have exceeded the maximum limit according to Regulation Agency of Food and Drug Supervisory.

مستخلص البحث

عملية ، ديانا.2016 تحليل قدر الرصاص على ايشدوا مع وجود مختلف ذات مؤكسد و طريقة الهضم الرطب باستخدام سفكتروفوتومتر من امتصاص الذرة . بحث العلم قسم فيزياء كلية العلوم والتكنولوجية بجامعة مولانا مالك ابراهيم لاسلامية الحكومية بمالانج ، المشرفة الاولى: ديانا جندرا الماجستير، المشرف: احمد ابطوخ الماجستير، المشرفة المشتشار: رفعة المحموده الماجستير.

الكلمات الأساسية: ايشدوا، الهضم الرطب، ذات مؤكسد، سفكتروفوتومتر، امتصاص الذرة

ان ايشدوا هو احد من نوع تُسْتَحْضَرَات تَجْمِيل او الزخرفية التي تحتوي على اصباغ اللون وتطبيقه على الجفن وانه لانتشار في المجتمع ويحتوي نسبيا الذي ودي في تركيزات عالية ولا سيما تستخدم بوقت طويلة وتسبب تهيج للعيون. واما الاهداف المرجوة في هذا البحث وهي لتعيين ذات مؤكسد و طريقة الهضم الرطب الجيد ولمعرفة ذات نسبيا التي تحتوي على ايشدوا باستخدام سفكتروفوتومتر من امتصاص الذرة.

واما المراحل المستخدمة في هذا البحث وهي عينة من ايشدوا بلون مختلف ثم اختلاط بينهم ثم تهضم طريقة الهضم الرطب المفتوح والمغلق باستخدام المكونات المختلفة من ذات مؤكسد على سبيل المثال HNO_3 30 ml ، HNO_3 : HClO_4 (2:1) ، HNO_3 ، HClO_4 (3:1) : HNO_3 : HClO_4 (4:1) ، HClO_4 (5:1) . واما النتائج من ذات مؤكسد و طريقة الهضم الرطب الجيد تقيم في كل العينات الايشدوا. ما في تعيين ذات نسبيا تستخدم سفكتروفوتومتر من امتصاص الذرة.

تدل على في هذا البحث وهي two way anova واما النتائج المخصصة باستخدام طريقة ان ذات المؤكسد و طريقة الهضم الرطب الجيد ذات نسبيا التي تحتوي على ايشدوا وهي بطريقة الهضم الرطب المغلق. واما ذات نسبيا في ذات نسبيا كل HNO_3 : HClO_4 (2:1) HNO_3 : HClO_4 (3:1) ، HNO_3 : HClO_4 (4:1) ، HNO_3 : HClO_4 (5:1) . واما انطلاقا تلك النتائج عرفت الباحثة BPOM (بلون اخضر دون معين 3,45 mg/L) ، BPOM (بلون اسود دون معين 56,25 mg/L) ، BPOM (بلون اخضر دون معين 9,45 mg/L) . واما انطلاقا تلك النتائج عرفت الباحثة BPOM (بلون اخضر دون معين 9,45 mg/L) . ان كل العينات في ايشدوا تقويما هي تحتوي ذات نسبيا يتجاوز الحد الاقصى المعين من BPOM.

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Penggunaan kosmetik terutama di Indonesia dewasa ini semakin meningkat. Kosmetik merupakan bahan atau sediaan yang dimaksudkan untuk digunakan pada bagian luar tubuh manusia atau gigi dan mukosa mulut terutama untuk membersihkan, mewangikan, mengubah penampilan, menghilangkan bau badan atau memelihara tubuh pada kondisi baik (BPOM, 2008). Fungsi utama dari penggunaan kosmetik yaitu untuk mempercantik diri pengguna agar tampak lebih menarik. Kosmetika pada umumnya bersifat kosmetika rias atau dekoratif dan pemeliharaan. Pemakaian kosmetika rias atau dekoratif dimaksudkan agar terlihat menarik serta dapat menutupi kekurangan yang ada (Winanti, 2011).

Penggunaan kosmetik merupakan bagian dari berhias dan islam memperkenankan kepada setiap muslim dan muslimah untuk berpenampilan selalu baik, anggun, dan berwibawa serta menikmati perhiasan dan pakaian yang telah diturunkan oleh Allah. Penggunaan kosmetik tidak boleh berlebih-lebihan dan itu diperbolehkan. Sebagaimana firman Allah SWT:

يٰۤاٰدَمُ خُذُوْا زِيْنَتَكُمْ عِنْدَ كُلِّ مَسْجِدٍ وَكُلُوْا وَشَرِبُوْا وَاٰتُسْرِفُوْا اِنَّهٗ لَا يُحِبُّ الْمُسْرِفِيْنَ

“Hai anak Adam, pakailah pakaianmu yang indah disetiap memasuki masjid, makan dan minumlah dan jangan berlebih-lebihan. Sesungguhnya Allah tidak menyukai orang yang berlebih-lebihan” (QS. Al A’raf (7) : 31).

Hukum menggunakan kosmetik yang berbahaya adalah tidak diperbolehkan karena prinsipnya islam mengharuskan manusia menjaga diri dari kehancuran atau kebinasaan.

Salah satu jenis sediaan kosmetik rias atau dekoratif adalah perona kelopak mata (*eyeshadow*) yang berisi pigmen warna yang diaplikasikan pada kelopak mata. Komposisi *eyeshadow* terdiri dari petroalum, lanolin, ceresin, kalsium karbonat, metil selulosa, talkum, pengawet, dan serbuk pemberi efek berkilau. Variasi warna yang terdapat pada *eyeshadow* dapat digunakan untuk memberi bayangan yang menarik pada bagian mata (Winanti, 2011). Perona kelopak mata umumnya berwarna biru, merah tua, perak, hijau, dan coklat (Wasitaatmadja, 1997).

Beberapa produk kosmetik mengandung logam berat seperti timbal, arsen, merkuri, kobalt, dan nikel yang digunakan sebagai bahan dasar atau pengotor. Penelitian telah membuktikan bahwa logam berat yang terdapat pada kosmetik apabila digunakan dapat menyebabkan beberapa gangguan pada kulit sehingga di beberapa negara, penggunaan logam berat telah dilarang. Negara Korea, Eropa, dan China telah melarang penggunaan timbal sebagai bahan dasar pembuatan kosmetika kulit. Jumlah maksimum kadar timbal di beberapa negara tersebut yang telah ditetapkan yaitu 20 ppm dan tidak spesifik pada logam berat lain (Fernier, 2001).

Eyeshadow yang beredar di masyarakat relatif mengandung timbal dengan konsentrasi yang cukup tinggi (Sainio *et al*, 2000). Timbal adalah sejenis logam yang lunak berwarna abu-abu kebiruan mengkilat serta mudah dimurnikan. Penambahan timbal pada pembuatan beberapa produk *eyeshadow* sengaja ditambahkan sebagai pigmen warna mengkilat, akan tetapi pada beberapa produk yang tidak terdaftar, penambahan logam berat seperti timbal disebabkan adanya kontaminasi logam berat dari bahan dasar yang digunakan berkualitas buruk dan

jumlahnya melebihi kadar yang telah ditetapkan (Tsankov *et al.*, 1982). Jumlah timbal melebihi batas yang sudah ditetapkan akan berdampak buruk bagi kesehatan. Timbal dapat masuk melalui kulit, tertelan atau kontak dengan mata kemudian masuk kedalam peredaran darah dan terakumulasi dalam jaringan terutama tulang (Widyastuti, 2002).

Penelitian mengenai cemaran timbal pada *eyeshadow* telah ditemukan di beberapa negara seperti Indonesia. Badan Pengawas Obat dan Makanan melansir hasil temuan selama tahun 2014 telah mengidentifikasi 68 kosmetik mengandung bahan berbahaya seperti timbal, diantaranya 32 kosmetik berasal dari luar negeri dan 36 kosmetik lokal, serta 37 diantaranya tidak memiliki notifikasi resmi dan 31 lainnya memiliki notifikasi yang telah dibatalkan. Penelitian Asban *et al* (2004) telah menemukan banyak celak yang berasal dari Saudi Arabia dan dipasarkan di Indonesia telah terkontaminasi oleh timbal.

Menurut Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor 17 Tahun 2014 tentang persyaratan cemaran mikroba dan logam berat dalam kosmetika bahwa batas aman cemaran logam berat timbal adalah tidak lebih dari 20 mg/kg atau 20 mg/L. Omolaye (2010) telah melakukan penelitian pada beberapa sediaan kosmetik salah satunya *eyeshadow*, yang hasilnya menunjukkan kadar timbal pada *eyeshadow* tersebut sebesar 15,38 µg/g. Mohammed *et al.* (2014) juga telah melakukan penelitian dan menemukan adanya timbal pada *eyeshadow* yang dipasarkan di beberapa pasar lokal di Baghdad, Iraq dengan variasi warna dan merek. Perolehan kadar timbal terbesar terdapat pada *eyeshadow* berwarna putih sebesar 18,975 ppm, warna hitam sebesar 19 ppm dan warna hijau muda sebesar 25,57 ppm. Beberapa merek *eyeshadow* berkualitas

kurang baik di Saudi Arabia yang diimpor dari beberapa negara dengan keamanan, peraturan, dan pembuatan yang buruk telah dianalisis dan ditemukan kadar timbal sebanyak 0,42-58,7 ppm (Iman *et al.*, 2009).

Masa simpan dari *eyeshadow* dimungkinkan dapat mempengaruhi kadar timbal yang ada didalamnya. Interaksi antar bahan-bahan organik dapat memicu tumbuhnya mikroorganisme seperti adanya bercak putih pada permukaan *eyeshadow*. Selain itu, solder yang digunakan sebagai alat untuk mencetak tempat *eyeshadow* juga dapat mengkontaminasi dan menambah kadar timbal dikarenakan bahan utama pembuatan solder adalah setengah timbal dan timah (Tatangsuma, 2015). Oleh karena itu, perlu dilakukan penelitian lebih lanjut terhadap sediaan *eyeshadow* yang dijual dipasaran.

Menurut Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor HK.03.1.23.08.11.07331 Tahun 2011 tentang metode analisis penetapan kadar logam berat (arsen, kadmium, timbal, dan merkuri) dalam kosmetika dapat dilakukan menggunakan digesti basah menggunakan asam nitrat pekat. Penentuan kadar timbal dapat diukur menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA) yang dapat menentukan konsentrasi suatu unsur dalam suatu cuplikan yang didasarkan pada proses penyerapan radiasi oleh atom-atom yang berada di tingkat energi dasar (*ground state*) (Boybul, 2009).

Keuntungan metode SSA dibandingkan dengan spektroskopi biasa yaitu spesifik, batas deteksi yang rendah dari larutan yang sama bisa mengukur unsur-unsur yang berlainan. Selain itu, pengukurannya langsung terhadap contoh, *output* dapat langsung dibaca, cukup ekonomis, dapat diaplikasikan pada banyak jenis unsur, batas kadar penentuan luas (dari ppm sampai %) (Wardahan, 2013).

Apabila hasil pengujian berada dibawah batas kuantisasi yang telah ditetapkan (10 $\mu\text{g/g}$) maka dilaporkan sebagai “dibawah batas kuantisasi” (BPOM, 2011).

Sampel yang akan dianalisis dilakukan preparasi terlebih dahulu yang bertujuan untuk mengubah analit menjadi bentuk yang dapat diukur karena dapat mempengaruhi dari hasil analisis. Preparasi sampel dilakukan menggunakan metode destruksi, dimana jenis destruksi yang digunakan yaitu destruksi basah terbuka dan tertutup. Menurut Sumardi (1981), metode destruksi basah lebih baik dari pada cara kering karena tidak banyak bahan yang hilang dengan suhu pengabuan yang sangat tinggi. Destruksi dengan cara basah biasanya digunakan untuk memperbaiki cara kering yang biasanya memerlukan waktu yang lama.

Destruksi dilakukan menggunakan zat pengoksidasi. Semakin baik zat pengoksidasi yang digunakan maka perolehan kadar logam akan semakin maksimal. Penelitian yang dilakukan Umar *et. al* (2013) menggunakan zat pengoksidasi berupa $\text{HNO}_3/\text{HClO}_4$ (3:1) untuk menentukan kadar timbal pada *eyeshadow* diperoleh hasil sebesar 15,38 $\mu\text{g g}^{-1}$. Ullah *et al* (2013) juga melakukan penelitian menggunakan zat pengoksidasi HNO_3 dan HClO_4 (4:1) dan menunjukkan kadar timbal pada *eyeshadow* sebesar 2,325-3,975 $\mu\text{g g}^{-1}$. Selain itu Muhammad dan Stephen (2014) menggunakan zat pengoksidasi HNO_3 10 mL dapat menentukan kadar timbal pada *eyeshadow* sebesar 3,70 mg/kg untuk *eyeshadow* berwarna hijau yang dijual dipasaran dan 3,80 mg/kg untuk *eyeshadow* berwarna hijau yang dijual di supermarket. Destruksi sampel menggunakan zat pengoksidasi HNO_3 dan HClO_4 dikarenakan keduanya merupakan asam kuat yang dapat memberikan hasil yang cukup baik dalam menentukan kadar timbal. Selain

itu, proses destruksi menggunakan zat pengoksidasi tersebut lebih praktis, lebih mudah, dan waktu yang dibutuhkan juga relatif lebih singkat (Ervina, 2013).

Berdasarkan latar belakang tersebut, maka dilakukan penelitian tentang analisis kadar timbal pada *eyeshadow* menggunakan 2 variasi warna yang diambil dari masing-masing merek yang terdaftar BPOM dan merek yang tidak terdaftar BPOM serta variasi metode destruksi basah yaitu terbuka dan tertutup menggunakan variasi zat pengoksidasi HNO_3 30 mL dan $\text{HNO}_3 : \text{HClO}_4$ (2:1; 3:1; 4:1; dan 5:1). Kadar timbal pada *eyeshadow* akan dianalisis menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA).

1.2 Rumusan Masalah

1. Apa metode destruksi basah dan zat pengoksidasi terbaik analisis kadar timbal dalam *eyeshadow* menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA) ?
2. Berapa kadar logam berat timbal pada beberapa merek dan variasi warna *eyeshadow* yang ditentukan dengan zat pengoksidasi dan metode destruksi basah terbaik dan diukur menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA) ?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Menentukan metode destruksi basah dan zat pengoksidasi terbaik dalam analisis kadar timbal pada *eyeshadow* menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA).
2. Mengetahui kadar logam berat timbal dari beberapa merek dan variasi warna *eyeshadow* yang ditentukan dengan zat pengoksidasi dan metode destruksi basah terbaik dan diukur menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA).

1.4 Manfaat Penelitian

Secara khusus penelitian ini bermanfaat untuk memberikan informasi tentang zat pengoksidasi terbaik analisis timbal menggunakan metode spektroskopi serapan atom (SSA), sedangkan secara umum penelitian ini bertujuan untuk memberikan informasi kepada masyarakat tentang bahaya kandungan timbal (Pb) yang berlebih pada sediaan kosmetik terutama *eyeshadow* sehingga dapat berhati-hati dalam memilih jenis kosmetik yang sesuai.

1.5 Batasan Masalah

1. *Eyeshadow* yang digunakan termasuk jenis padat terdiri dari 2 variasi warna yaitu hijau dan hitam dengan masa kadaluarsa yang sama.
2. Sampel terdiri atas 1 merek yang terdaftar BPOM dan 1 merek tidak terdaftar BPOM.
3. Pendestruksi yang digunakan yaitu HNO_3 30 mL dan HNO_3 : HClO_4 (2:1; 3:1; 4:1; dan 5:1).
4. Variasi destruksi basah yang dilakukan yaitu destruksi basah terbuka dan destruksi tertutup.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 *Eyeshadow*

Salah satu jenis kosmetik yang biasa digunakan untuk mewarnai kelopak mata yaitu *eyeshadow*. Warna yang dihasilkan dapat membentuk bayangan yang baik. *Eyeshadow* yang baik memiliki sifat mudah digunakan secara halus dan mempunyai daya adesi yang bagus untuk kulit, tidak mengalami perubahan warna, tidak menciptakan noda ketika terkena keringat. Selain itu, *eyeshadow* juga tidak berminyak saat digunakan (Winanti, 2011).

Eyeshadow dapat dibuat dalam bentuk krim, stik, larutan, serbuk, atau *pressed cake* (padat) yang digunakan dengan kuas. *Eyeshadow* digunakan dapat dalam keadaan kering dan basah dan diformulasikan menurut tipe yang diinginkan. Pembayang mata digunakan untuk mewarnakan kelopak mata supaya mata terlihat lebih menarik (Winanti, 2011).

2.2 Bahan Baku Pembuatan *Eyeshadow*

Bahan-bahan yang digunakan dalam pembuatan *eyeshadow* terbagi menjadi tiga jenis, yaitu bahan serbuk, fase minyak/lemak, dan fase air. Selain tiga jenis bahan tersebut terdapat juga beberapa bahan lain (Balsam, 1972):

1. Bahan serbuk

a. Talk

Talk merupakan bahan dasar bedak (bedak padat, tabur, hingga bedak bayi), *blush on*, *eyeshadow*, juga beragam kosmetik lainnya. Fungsinya dalam kosmetik

adalah menyerap hidrasi, menyerap minyak, dan mengurangi gesekan pada lipatan (Zora, 2015).

b. Lanolin

Lanolin anhidrosa untuk tingkatan kosmetik memiliki titik lebur 38-40 C yang digunakan untuk melicinkan dan meningkatkan kualitas.

c. Ceresin

Campuran mikrokristal hidrokarbon pada komposisi kompleks yang tersedia dalam beragam tingkatan/jenis dengan titik lebur dengan *range* yang luas untuk produk mata jenis dengan titik lebur 68 C yang direkomendasikan. Formulator biasa menggunakan untuk membuat sediaan kaku tanpa membuatnya terlalu rapuh atau terlalu keras.

d. Pigmen

Warna bervariasi pada *eyeshadow* dihasilkan dari penggunaan pigmen. Pigmen yang digunakan dapat berupa pigmen organik maupun anorganik. Umumnya, pigmen anorganik berupa titanium oksida yang dilapisi mika banyak digunakan untuk memperoleh varian warna yang lebih luas. Proses yang dibutuhkan dalam pembuatan pigmen ini adalah penghalusan titanium oksida dan mika disertai pengadukan sampai tercipta warna yang homogen. Sedangkan untuk pembayang mata jenis tanpa air, titanium oksida digunakan sebagai agen pencerah yang akan dicampur dengan petroalum.

2. Fase minyak/lemak

a. Asam stearat

Asam stearat dengan titik lebur 55 C yang direkomendasikan dimana asam jenis ini mampu tersaponifikasi dengan mudah dan bersifat netral sehingga

membentuk sabun yang stabil yang dapat dibuat dengan bahan-bahan hidrofilik dan lipofilik.

b. Isopropil miristat

Berupa ester asam lemak sintetik; bahan ini jernih, berupa larutan, bebas dari bau yang tidak sedap. Diketahui telah digunakan dalam berbagai macam bentuk kosmetika mata seperti *eyeshadow*.

c. Propilen glikol

Merupakan *humectants* yang sempurna dimana propilen glikol ini digunakan pada produk *eyeshadow*, tidak lengket dan memiliki sifat pelicin yang baik.

d. Parfum

Banyak pengharum yang tidak diperlukan untuk penggunaan pada area sekitaran mata, meliputi bau jenis aldehyd. Tapi pengharum bentuk floral (tumbuh-tumbuhan) biasanya dipakai pada formulasi *eyeshadow* tipe emulsi.

3. Fase air murni

4. Bahan lain yang ditambahkan

a. Trietanol amin (TEA)

Merupakan cairan pekat yang tidak berwarna atau kuning pucat pada suhu ruang. Bahan ini memiliki kemurnian 99% dengan pH tinggi serta larut dalam air (Pattel, 2011). Bahan ini akan bereaksi dengan asam stearat membentuk trietanol amin stearat yang berfungsi sebagai emulsifier.

b. Pengawet

Walaupun tidak semua formula membutuhkan penambahan pengawet, akan tetapi pengawet telah ditambahkan pada banyak kosmetika mata. Bahan

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

c. Serbuk pemberi efek berkilau

Umumnya bahan-bahan yang digunakan berupa serbuk metalik seperti serbuk aluminium dan bronze yang mana untuk memberikan efek perak atau keemasan. Tentunya masih banyak bahan pengkilau lain yang biasanya digunakan seperti serbuk mutiara (kalsium karbonat), mika, dan bismuth oksiklorida.

d. Metil selulosa

Merupakan gum sintetis yang didispersikan kedalam air dengan fungsi yang sama dengan gum tragakan. Karena metil selulosa merupakan jenis sintetis maka viskositasnya dapat dikontrol sehingga bahan ini sangat populer digunakan sebagai bahan pengemulsi, pengikat, dan penebal.

2.3 Timbal

2.3.1 Karakteristik Timbal

Timbal termasuk dalam kelompok logam berat golongan IV A dalam sistem periodik unsur kimia mempunyai nomor atom 82 dengan berat atom 207,2, berbentuk padat pada suhu kamar, dan memiliki berat jenis sebesar 11,34 g/cm³. Timbal berwarna kebiru-biruan atau abu-abu keperakan bertitik lebur 327,5 °C dan titik didih pada tekanan atmosfer 1740°C (Tangahu *et al* , 2011). Pb jarang

ditemukan di alam dalam keadaan bebas melainkan dalam bentuk senyawa dengan molekul lain, misalnya dalam bentuk PbBr_2 dan PbCl_2 (Surani, 2002).

Timbal mempunyai sifat yang mudah dibentuk dan sifat kimia aktif sehingga dapat digunakan untuk melapisi logam untuk mencegah pengkaratan. Bila dicampur dengan logam lain, timbal dapat membentuk logam campuran yang lebih bagus dari pada logam murninya. Selain itu, timbal juga mempunyai kepadatan melebihi logam lain (Darmono, 1995).

Biasanya terdapat banyak macam zat kimia dalam satu jenis kosmetik yang diperlukan untuk pembuatan, penyimpanan dan kelestarian kosmetik. Salah satunya adalah penggunaan logam seperti Fe, Zn, Cr, Mg, Cu. Penggunaan Pb biasanya ditambah untuk sediaan warna (Darmono, 1995).

Logam Pb banyak digunakan sebagai bahan pengemas, saluran air, alat-alat rumah tangga dan hiasan. Bentuk oksida timbal digunakan sebagai pigmen/zat warna dalam industri kosmetik dan *glace* serta industri keramik yang sebagian diantaranya digunakan dalam peralatan rumah tangga. Dalam bentuk garam anorganik, Pb dapat membentuk warna hijau yaitu PbCrO_4 , warna abu-abu sampai hitam PbS , warna putih PbCl_2 . Warna dalam sediaan *eyeshadow* dimungkinkan merupakan campuran senyawa organik dan anorganik yang ditambahkan dengan tujuan salah satunya menambah estetika sediaan dan layanan konsumen (Wasitaatmadja, 1997).

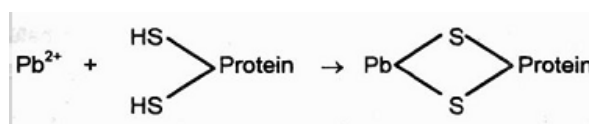
2.3.2 Toksisitas Timbal

Kosmetika yang mengandung Pb apabila terus menerus digunakan dan dioleskan pada kulit, maka melalui penetrasi kulit akan masuk ke jaringan tubuh

pemakai dan seiring dengan lamanya pemakaian. Akumulasi logam berat ke tubuh manusia hingga batas tertentu akan dapat menyebabkan toksisitas. Pb dalam segala bentuk bersifat racun yang berbahaya bagi kesehatan tubuh (Darmono, 1995).

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

Daya racun Pb didalam tubuh diantaranya disebabkan oleh penghambatan enzim oleh ion-ion Pb^{2+} . Enzim yang diduga dihambat adalah yang diperlukan untuk pembentukan hemoglobin. Secara umum mekanisme timbulnya anemia akibat Pb dijelaskan oleh Soedigdo (1981) yaitu akibat terbentuknya senyawa Pb dengan enzim kompleks yang terbentuk tidak aktif yang berakibat terhambatnya sintesis darah merah (Hb) dan menimbulkan anemia dengan reaksi :



Mengingat logam berat mempunyai afinitas tinggi terhadap senyawa sulfida, seperti gugus sulfihidril dan disulfida, maka ion-ion logam berat dapat terjerat pada gugus ini, sehingga enzim menjadi tidak aktif.

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

Kedua, keracunan kronis. Keracunan ini dibedakan atas enam macam sindrom yaitu *sindrom abdominal*, *neoromuskular*, *SSP*, *hematologi*, *renal*, dan sindrom lain (muka warna kelabu dan bibir pucat, bercak retina, tanda ketuaan dini, dll). Gejala ini biasa timbul sebagian atau semua sekaligus. *Sindrom neuromuscular* dan *sindrom SSP* terjadi pada pemejanaan hebat, sementara *sindrom abdominal* merupakan manifestasi yang timbul perlahan-lahan. Di Amerika Serikat *sindrom SSP* lebih sering ditemukan pada anak dan *sindrom abdominal* lebih sering ditemukan pada orang dewasa (Ganiswara, 1995).

2.3.3 Sumber Potensi Logam Timbal pada *Eyeshadow*

Eyeshadow dapat terkontaminasi dengan timbal disebabkan karena bahan dasar yang digunakan secara alami mengandung logam berat atau tercemar selama produksi (Nourmoradi *et al*, 2013). Menurut Hepp *et al* (2009), kontaminasi timbal pada *eyeshadow* mungkin berasal dari *solder* timbal atau pada peralatan yang digunakan untuk produksi yang menggunakan cat yang mengandung timbal. Timbal dapat digunakan sebagai zat warna seperti Pb karbonat dan Pb sulfat (Ardyanto, 2005).

2.4 Destruksi

Destruksi merupakan proses perusakan oksidatif dari bahan organik sebelum penetapan suatu analit anorganik atau untuk memecah ikatan dengan logam. Salah satu unsur harus dihilangkan agar unsur-unsur tersebut tidak saling mengganggu dalam analisis. Adanya proses destruksi tersebut diharapkan yang tertinggal hanya logam-logamnya saja. Pendestruksian hendaknya memilih zat pengoksidasi yang cocok baik untuk logam maupun jenis sampel yang akan dianalisis. Secara umum, destruksi ada dua yaitu destruksi basah dan destruksi kering (Dewi, 2012).

2.4.1 Destruksi Basah

Destruksi basah dapat digunakan untuk menentukan unsur-unsur dengan konsentrasi yang rendah. Destruksi basah dilakukan dengan menguraikan bahan organik dalam larutan asam pengoksidasi pekat (H_2SO_4 , HNO_3 , H_2O_2 , dan HCl) dengan pemanasan sampai jernih. Mineral anorganik akan tertinggal dan akan larut dalam larutan asam kuat. Mineral berada dalam bentuk kation logam dan

ikatan kimia dengan senyawa organik telah terurai. Larutan selanjutnya disaring dan siap dianalisis dengan SSA (Dewi, 2012).

Larutan asam nitrat pekat merupakan asam yang paling efektif dan paling sering digunakan dalam destruksi basah karena dapat memecah sampel menjadi senyawa yang mudah terurai (Dewi, 2012). Preparasi sampel pada destruksi basah dilakukan pada suhu rendah dan dengan penambahan campuran asam kuat untuk mendestruksi senyawa organik dan bahan lain dalam sampel. Keuntungan dengan metode analisis ini adalah waktu dan proses pengerjaannya lebih cepat, kehilangan mineral akibat penguapan dapat dihindari. Hanya saja dengan metode destruksi basah ini kemungkinan kesalahan lebih besar akibat penggunaan reagen yang lebih banyak dan dalam pengerjaannya membutuhkan perhatian yang ekstra dari analisis karena pelaksanaan reaksi yang terjadi berlangsung kuat dan dapat membuat residu keluar, maka selama pemanasan harus lebih berhati-hati (Gandjar dan Rohman, 2007).

Destruksi basah pada prinsipnya adalah penggunaan asam nitrat untuk mendestruksi zat organik pada suhu rendah dengan maksud mengurangi kehilangan mineral akibat penguapan. Tahap selanjutnya, proses seringkali berlangsung sangat cepat akibat pengaruh asam perklorat atau hidrat peroksida. Destruksi basah pada umumnya digunakan untuk menganalisis arsen, tembaga, timah hitam, timah putih, dan seng (Anderson, 1987).

2.4.1.1 Destruksi Basah Terbuka

Destruksi basah terbuka dilakukan dengan pemanasan sampel dalam penangas di atas *hot plate* dengan suhu yang telah ditentukan dengan adanya

pengoksidasi asam-asam mineral baik tunggal maupun mineral. Apabila sampel ditambahkan dengan zat pengoksidasi dan dipanaskan pada temperatur yang cukup tinggi serta dilakukan secara kontinyu pada waktu yang cukup lama maka sampel dapat teroksidasi sempurna dan meninggalkan elemen anorganik yang sesuai untuk dianalisis (Anderson, 1987).

2.4.1.2 Destruksi Basah Tertutup

Destruksi basah menggunakan refluks merupakan metode destruksi tertutup konvensional yang digunakan untuk analisis timbal dalam suatu sampel. Prinsip dari metode refluks adalah pelarut volatil yang digunakan akan menguap pada suhu tinggi, namun akan didinginkan dengan kondensor sehingga pelarut akan mengembun pada kondensor dan turun lagi ke dalam wadah reaksi sehingga pelarut akan tetap ada selama reaksi berlangsung (Kalaskar, 2012).

2.4.2 Destruksi Kering

Destruksi kering dilakukan dengan cara sampel yang akan dianalisis dipanaskan pada temperatur lebih dari 500 C. Selain itu dapat menguapkan senyawa organik dari C,H,O dan N menjadi gas seperti CO₂, CO, NO, NO₂, H₂O, dan sebagainya. Keuntungan metode ini adalah sederhana dan terhindar dari pengotor dari seperti dalam metode destruksi basah, namun dapat terjadi kehilangan dari unsur-unsur mikro tertentu. Disamping itu, dapat juga terjadi reaksi antara unsur dengan bahan wadah. Material pada destruksi kering yang berisi unsur yang rendah ditempatkan dalam wadah silika atau porselin (Dewi, 2012).

2.5 Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Spektroskopi serapan atom (SSA) merupakan suatu metode analisis untuk menentukan konsentrasi suatu unsur dalam suatu cuplikan yang didasarkan pada proses penyerapan radiasi oleh atom-atom yang berada pada tingkat energi dasar (*ground state*). Proses penyerapan energi terjadi pada panjang gelombang yang spesifik dan karakteristik untuk tiap unsur. Proses penyerapan tersebut menyebabkan atom penyerap tereksitasi, dimana elektron dari kulit atom meloncat ke tingkat energi yang lebih tinggi. Banyaknya intensitas radiasi yang diserap sebanding dengan jumlah atom yang berada pada tingkat energi dasar yang menyerap energi radiasi tersebut. Dengan mengukur tingkat penyerapan radiasi (absorbansi) atau mengukur radiasi yang diteruskan (transmitansi), maka konsentrasi unsur dalam cuplikan dapat ditentukan (Boybull dan Iis, 2009).

2.5.1 Prinsip Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Atom-atom pada keadaan dasar mampu menyerap energi cahaya pada panjang gelombang resonansi yang khas untuknya, yang pada umumnya adalah panjang gelombang radiasi yang akan dipancarkan atom-atom itu bila tereksitasi dari keadaan dasar. Panjang gelombang yang digunakan untuk analisis logam timbal menggunakan SSA sebesar 217 nm (BPOM, 2011) sebab panjang gelombang ini paling kuat menyerap garis transisi elektronik dari *ground state* ke keadaan tereksitasi. Jadi jika cahaya dengan panjang gelombang resonansi itu dilewatkan nyala yang mengandung atom-atom yang bersangkutan, maka sebagian cahaya itu akan diserap dan jauhnya penyerapan akan berbanding lurus dengan banyaknya atom keadaan dasar yang berada dalam keadaan nyala. Inilah asas yang mendasari SSA (Maria, 2009).

2.5.2 Cara Kerja SSA

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

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

$$A = abc \dots \dots \dots (2.4)$$

dimana A = absorbansi

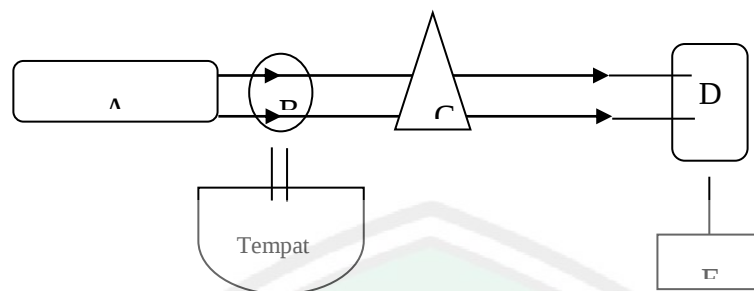
a = absorptivitas molar

b = tinggi tungku pembakar

c = konsentrasi atom-atom yang menyerap sinar

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

2.5.3 Instrumentasi SSA



Gambar 2.1 Komponen spektroskopi serapan atom
(Sumber : Gandjar dan Rohman, 2007)

a. Sumber sinar

Sumber sinar yang dipakai adalah lampu katoda berongga. Lampu ini terdiri atas tabung kaca tertutup yang mengandung suatu katoda dan anoda. Katoda berbentuk silinder berongga terbuat dari logam atau dilapisi dengan logam tertentu. Tabung logam ini diisi dengan gas mulia (neon atau argon). Bila antara anoda dan katoda diberi selisih tegangan yang tinggi (600 volt), maka katoda akan memancarkan berkas-berkas elektron yang bergerak menuju anoda yang mana kecepatannya dan energinya sangat tinggi. Elektron-elektron dengan energi tinggi ini dalam perjalanannya menuju anoda akan bertabrakan dengan gas-gas mulia yang diisi tadi. Akibat dari tabrakan-tabrakan ini membuat unsur-unsur gas mulia akan kehilangan elektron dan menjadi bermuatan positif. Ion-ion gas mulia yang bermuatan positif ini selanjutnya akan bergerak ke katoda dengan kecepatan dan energi yang tinggi pula. Katoda di dalamnya terdapat unsur-unsur yang sesuai dengan unsur yang dianalisis. Unsur-unsur ini akan ditabrak oleh ion-ion positif gas mulia. Akibat tabrakan ini, unsur-unsur akan terlempar ke luar permukaan katoda. Atom-atom unsur dari katoda ini mungkin akan mengalami eksitasi ke

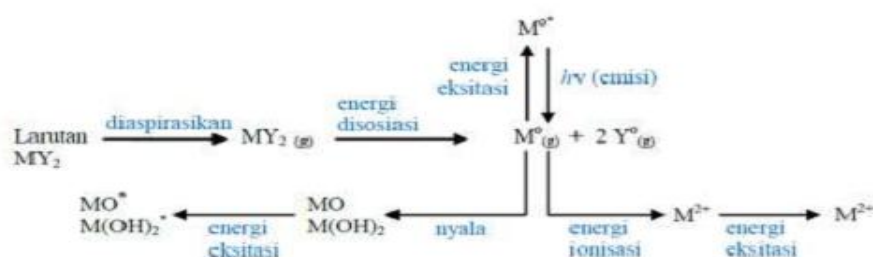
tingkat energi-energi elektron yang lebih tinggi dan akan memancarkan spektrum pancaran dari unsur yang sama dengan unsur yang akan dianalisis (Gandjar dan Rohman, 2007).

Sumber sinar yang sesuai dengan analisis logam timbal adalah lampu katoda berongga timbal. Hal ini spesifik untuk jenis logam timbal sehingga didapatkan spektrum dengan ketelitian tinggi dan tajam serta menghasilkan pancaran cahaya yang diskrit dengan garis serapan.

b. Nyala/tungku

Nyala digunakan untuk mengubah sampel yang berupa padatan atau cairan menjadi bentuk uap atomnya dan berfungsi untuk atomisasi. Suhu yang dapat dicapai oleh nyala tergantung pada gas-gas yang digunakan misalkan untuk gas asetilen-udara 2200 C dan gas asetilen-dinitrogen oksida (N_2O) sebesar 3000 C (Gandjar dan Rohman, 2007).

SSA nyala, sampel dalam bentuk larutan encer mengalir melalui pipa kapiler dan dinebulisasi oleh aliran gas pengoksidasi sehingga menghasilkan aerosol. Aerosol yang terbentuk bercampur dengan bahan bakar menuju ke pembakar (*burner*). Aerosol tersebut dicampur dengan gas pembakar seperti campuran asetilen-udara dalam sel sampel kemudian dibakar pada nyala dengan temperatur 2100-2800°C. Selama pembakaran, atom elemen yang dianalisis akan direduksi menjadi bentuk bebas pada kondisi tidak tereksitasi. Bentuk atom bebas tersebut dapat menyerap cahaya pada panjang gelombang yang spesifik



tergantung karakteristik masing-masing logam (Ma dan Gonzalez, 1997). Ilustrasi proses yang terjadi ditunjukkan pada gambar 2.2.

Gambar 2.2 Skema proses terjadinya nyala (Sumber: Noviana, 2011)

Tahap ini menunjukkan bahwa sampel berbentuk larutan disemurkan ke dalam nyala untuk diatomkan yang biasa dikenal dengan proses atomisasi. Atom kation logam dari timbal berbentuk Pb^{2+} ; A^- adalah anion yang asosiasi. Pb^0 dan A^0 merupakan atom yang berada pada keadaan bebas dari unsur yang dianalisis.

c. Monokromator

Monokromator dimaksudkan untuk memisahkan dan memilih panjang gelombang yang digunakan dalam analisis. Dalam monokromator terdapat *chopper* (pemecah sinar), suatu alat yang berputar dengan frekuensi atau perputaran tertentu (Gandjar dan Rohman, 2007).

d. Detektor

Detektor digunakan untuk mengukur intensitas cahaya yang melalui tempat pengatoman. Biasanya digunakan tabung penggandaan foton. Tenaga listrik yang dihasilkan dari detektor kemudian diteruskan ke amplifier, setelah itu baru diteruskan ke sistem pembacaan (Bahri, 2010).

e. Rekorder

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

2.5.4 Gangguan Pada SSA

Gangguan-gangguan yang dapat terjadi dalam SSA adalah sebagai berikut (Khopkar, 2010):

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

2.5.5 Kelebihan dan Keterbatasan SSA

SSA memiliki kelebihan dan keterbatasan sebagai berikut:

✓ Kelebihan

SSA lebih peka dari spektroskopi emisi atom, suatu metode analisis yang sangat spesifik yang bermanfaat dalam beberapa aspek pengendalian mutu (Watson, 2010). Selain itu, SSA juga sederhana, akurat, dan mudah digunakan (Sukender *et al.* 2012).

✓ Keterbatasan

SSA hanya dapat diterapkan pada unsur-unsur logam, masing-masing unsur memerlukan lampu katoda rongga yang berbeda untuk penentuannya.

2.6 Penelitian – Penelitian Mengenai Kandungan Timbal dalam *Eyeshadow*

Daftar 68 kosmetik yang dilansir oleh Badan Pengawas Obat dan Makanan mengandung bahan berbahaya seperti timbal, pewarna bahaya, dan hidrokuinon selama tahun 2014 dapat dilihat pada Tabel 2.1 (terlampir).

Analisis kadar timbal menggunakan SSA dapat dilakukan pada berbagai jenis sampel, baik sampel organik maupun anorganik. Preparasi sampel juga dapat

dilakukan dengan berbagai cara salah satunya menggunakan destruksi basah. Berikut ini merupakan beberapa penelitian yang dilakukan menggunakan metode SSA.

Hasil penelitian beberapa merek *eyeshadow* berkualitas kurang baik di Saudi Arabia yang diimpor dari beberapa negara ditemukan kadar timbal sebanyak 0,42-58,7 ppm (Iman *et al.*, 2009). Omolaoye (2010) menunjukkan kadar timbal sebesar 12,22 µg/g, 19,44 µg/g, 6,11 µg/g, 18,89 µg/g pada sampel *eyeshadow* berwarna coklat, hijau, hitam, dan ungu. Umar (2013) telah melakukan penelitian pada beberapa sediaan kosmetik salah satunya *eyeshadow*, yang hasilnya menunjukkan kadar timbal pada *eyeshadow* tersebut sebesar 15,38 µg/g. Ullah *et al* (2013) juga melakukan penelitian menggunakan zat pengoksidasi HNO₃ dan HClO₄ (4:1) dan menunjukkan kadar timbal pada *eyeshadow* sebesar 2,325-3,975 µg g⁻¹.

Hasil penelitian Ekere *et al* (2014) menunjukkan kadar timbal sebesar 0,10 ± 0,023 ppm dan 0,10 ± 0,0015 ppm pada sampel berwarna putih dan coklat. Nibras dan Huda (2014) menemukan kandungan timbal pada berbagai warna *eyeshadow* seperti pada warna putih, kuning, abu-abu, ungu, hijau muda dan hitam. Kandungan timbal berturut-turut sebesar 18,975 ppm, 7,425 ppm, 6 ppm, 25,57 ppm, dan 19 ppm. Mohammed *et. al* (2014) juga menemukan adanya timbal pada *eyeshadow* yang dipasarkan di beberapa pasar lokal di Baghdad, Iraq. Berdasarkan variasi warna yang digunakan perolehan kadar timbal terbesar terdapat pada *eyeshadow* berwarna putih sebesar 18, 975 ppm , warna hitam sebesar 19 ppm dan warna hijau muda sebesar 25,57 ppm . Muhammad dan Stephen (2014) menemukan kandungan timbal sebesar 3,70 mg kg⁻¹ pada sampel

eyeshadow berwarna hijau yang beredar di pasaran dan $3,80 \text{ mg kg}^{-1}$ yang beredar di supermarket. Yebpella (2014) dapat menentukan kadar timbal pada *eyeshadow* sebesar $0,1023 \text{ mg/kg}$.

Penentuan kadar timbal juga dilakukan pada beberapa sediaan kosmetika dekoratif lain. Penelitian Marseno (2006) menunjukkan adanya kandungan timbal pada maskara sebesar $6,79\text{--}7,8 \text{ }\mu\text{g/g}$. Amit *et al* (2010) melakukan penentuan kadar timbal pada bedak tabur dan menunjukkan hasil $0,38 \text{ }\mu\text{g/g}$, $0,24 \text{ }\mu\text{g/g}$, dan $0,25 \text{ }\mu\text{g/g}$ pada sampel A, B, dan C. Selain pada *eyeshadow*, Muhammad dan Stephen (2013) menemukan adanya kandungan timbal pada *eyeliner* dan *eye pencil*. Kandungan timbal yang terdapat pada *eyeliner* sebesar $13,75 \text{ mg/kg}$ dan $7,94 \text{ mg/kg}$ pada *eye pencil* berwarna coklat.

2.7 Analisis Data Two Way Anova

Analisis varians (*analysis of variances*) atau ANOVA adalah suatu metode analisis statistika yang termasuk kedalam cabang statistika inferensi. Uji dalam anova menggunakan uji F karena dipakai untuk pengujian lebih dari 2 variabel. Dalam praktik, analisis varians dapat merupakan uji hipotesis (lebih sering dipakai) maupun pendugaan (*estimation*, khususnya di bidang genetika terapan).

Anova dua arah ini digunakan bila sumber keragaman yang terjadi tidak hanya satu faktor (perlakuan). Faktor lain yang mungkin menjadi sumber keragaman respon juga harus diperhatikan. Faktor lain ini bisa perlakuan lain atau faktor yang sudah terkondisi. Pertimbangan memasukkan faktor kedua sebagai sumber keragaman ini perlu bila faktor itu dikelompokkan (blok) sehingga keragaman antar kelompok sangat besar, tetapi kecil dalam kelompok sendiri.

Tujuan dari pengujian anova dua arah ini adalah untuk mengetahui apakah ada pengaruh dari berbagai kriteria yang diuji terhadap hasil yang diinginkan.

Analisis anova dapat diketahui dengan melihat hasil apabila $F_{hitung} < F_{tabel}$ maka H_0 diterima dan H_0 ditolak apabila $F_{hitung} > F_{tabel}$. Apabila % *recovery* yang lebih besar dari 100 % atau hasil pengukuran lebih besar dari konsentrasi sebenarnya dapat disebabkan oleh adanya faktor ketidakpastian pada kurva standar. Faktor ini disebabkan adanya ketidakpastian dalam kalibrasi baik dalam penggunaan alat maupun dalam pembacaan skala (Horwitz, 1975).

2.8 Kajian tentang Berhias dalam Islam

Hukum berhias dalam islam adalah diperbolehkan. Berhias merupakan salah satu cara seseorang untuk menampilkan kesan estetika wajah terutama bagi perempuan, akan tetapi berhias yang berlebihan tidak diperbolehkan. Apalagi untuk mendapatkan hasil riasan yang lebih baik biasanya seseorang menggunakan jenis kosmetik yang berbahaya tanpa menghiraukan bahan penyusun komposisinya.

Isyraf (berlebih-lebihan) dalam Surat Al A'raf (7): 31 ditafsirkan bahwa yang tidak diperbolehkan itu termasuk berlebih-lebihan dalam berbelanja berlebih-lebihan dalam berlaku kikir (sangat kikir), dan berlebih-lebihan dalam pemakaian benda halal sehingga haram baik makanan maupun minuman karena Allah tidak menyukai orang yang berlebih-lebihan itu (ash-Shiddieqy, 2000).

Pemakaian benda halal sehingga haram dalam kata *isyraf* dapat berarti pada penggunaan logam berat seperti timbal yang melebihi kadar yang telah ditetapkan. Penggunaan timbal pada dasarnya digunakan sebagai pigmen pada

eyeshadow. Jumlah penambahan timbal yang berlebihan justru akan berbahaya terlebih ketika *eyeshadow* ini digunakan pada kelopak mata.

Selain itu Allah juga menjelaskan tentang berhias dalam surat An Nuur (24) : 31 bahwa berhias diperbolehkan untuk suami atau mahramnya.

وَقُلْ لِلْمُؤْمِنَاتِ يَغْضُضْنَ مِنْ أَبْصَرِهِنَّ وَيَحْفَظْنَ فُرُوجَهُنَّ وَلَا يُبْدِينَ زِينَتَهُنَّ إِلَّا مَا ظَهَرَ مِنْهَا وَلْيَضْرِبْنَ بِخُمُرِهِنَّ عَلَىٰ جُيُوبِهِنَّ وَلَا يُبْدِينَ زِينَتَهُنَّ إِلَّا لِبُعُولَتِهِنَّ أَوْ آبَائِهِنَّ أَوْ أَبْنَائِهِنَّ أَوْ بُعُولَتِهِنَّ أَوْ إِخْوَانِهِنَّ أَوْ بَنِي إِخْوَانِهِنَّ أَوْ بَنِي أَخَوَاتِهِنَّ أَوْ نِسَائِهِنَّ أَوْ مَا مَلَكَتْ أَيْمَانُهُنَّ أَوْ التَّبِيعِينَ غَيْرِ أُولِي إِلَارٍةٍ مِنَ الرِّجَالِ أَوْ الْطُفْلِ الَّذِينَ لَمْ يَظْهَرُوا عَلَىٰ عَوْرَتِ النِّسَاءِ وَلَا يَضْرِبْنَ بِأَرْجُلِهِنَّ لِيُعْلَمَ مَا يُخْفِينَ مِنْ زِينَتِهِنَّ وَتُوبُوا إِلَى اللَّهِ جَمِيعًا أَيُّهَا الْمُؤْمِنُونَ لَعَلَّكُمْ تُفْلِحُونَ

“Katakanlah kepada wanita yang beriman: Hendaklah mereka menahan pandangannya dan kemaluannya, dan janganlah mereka menampakkan perhiasannya kecuali yang (biasa) nampak dari padanya. Dan hendaklah mereka menutupkan kain kudung kepadanya dan janganlah menampakkan perhiasannya kecuali kepada suami mereka atau ayah mereka atau ayah suami mereka atau putera-putera mereka atau putera-putera suami mereka atau saudara laki-laki mereka atau putera-putera saudara lelaki mereka atau putera-putera saudara perempuan mereka atau wanita-wanita islam atau budak-budak yang mereka miliki atau pelayan-pelayan laki-laki yang tidak mempunyai keinginan (terhadap wanita) atau anak-anak yang belum mengerti tentang aurat wanita. Dan janganlah mereka memukulkan kakinya agar diketahui perhiasan yang mereka sembunyikan. Dan taubatlah kamu sekalian kepada Allah hai orang-orang yang beriman supaya kamu beruntung”.

Dalam tafsir Ibnu Katsir (2000) menyatakan bahwa “Ulama memiliki beberapa penafsiran tentang ayat “kecuali biasa terlihat”, ada yang menafsirkan kecuali perhiasan yang tampak tanpa disengaja, ada juga yang menafsirkan bahwa perhiasan yang tampak itu adalah pakaian, ada juga yang menafsirkan perhiasan yang nampak itu adalah celak, cincin, pacar dijari tangan dan lain sebagainya yakni yang tidak mungkin ditutupi”.

Kasus bahaya dari logam berat seperti timbal telah banyak terjadi di masyarakat. Logam timbal yang terakumulasi ke dalam tubuh dapat menyebabkan

alergi, iritasi, bahkan kanker. Al quran telah menjelaskan bahwa tidak semua logam memberikan dampak yang buruk bagi kesehatan contohnya seperti besi yang termasuk logam, akan tetapi besi dapat memberikan manfaat bagi kehidupan manusia. Allah SWT berfirman:

لَقَدْ أَرْسَلْنَا رُسُلَنَا بِالْبَيِّنَاتِ وَأَنْزَلْنَا مَعَهُمُ الْكِتَابَ وَالْمِيزَانَ لِيَقُومَ النَّاسُ بِالْقِسْطِ وَأَنْزَلْنَا الْحَدِيدَ فِيهِ بَأْسٌ شَدِيدٌ وَمَنْفَعٌ لِلنَّاسِ وَلِيَعْلَمَ اللَّهُ مَنْ يَنْصُرُهُ وَرُسُلَهُ بِالْغَيْبِ إِنَّ اللَّهَ قَوِيٌّ عَزِيزٌ

“Sesungguhnya Kami telah mengutus rasul-rasul Kami dengan membawa bukti-bukti yang nyata dan telah Kami turunkan bersama mereka Al Kitab dan neraca (keadilan) supaya manusia dapat melaksanakan keadilan. Dan Kami ciptakan besi padanya terdapat kekuatan yang hebat dan berbagai manfaat bagi manusia, (supaya mereka mempergunakan besi itu) dan supaya Allah mengetahui siapa yang menolong (agama)Nya dan rasul-rasul-Nya padahal Allah tidak dilihatnya. Sesungguhnya Allah Maha kuat lagi Maha Perkasa” (QS. Al Hadid : 25).

Permasalahan yang ada di kehidupan sehari-hari dapat diselesaikan dengan cara bermusyawarah. Manfaat dari musyawarah salah satunya dapat menghasilkan pendapat-pendapat dan jalan keluar untuk dapat sampai kepada penyelesaian dalam bentuk yang paling utama. Metode yang digunakan dalam penelitian ini merupakan salah satu bentuk dari hasil musyawarah untuk menyelesaikan permasalahan yang ada di masyarakat agar masyarakat mengetahui tentang bahaya logam berat pada kosmetik sehingga dapat berhati-hati dalam memilih jenis kosmetik yang digunakan. Rasulullah SAW bersabda:

عَنْ أَبِي هُرَيْرَةَ رَضِيَ اللَّهُ عَنْهُ قَالَ : قَالَ رَسُولُ اللَّهِ صَلَّى اللَّهُ عَلَيْهِ وَسَلَّمَ : الْمُسْتَشَارُ مُؤْتَمَنٌ (رواه الترمذي و أبو داود)

Dari Abu Hurairah ra. Berkata : Rasulullah SAW bersabda “Musyawarah adalah dapat di percaya” (HR. At tirmidzi dan Abu daud).

Makna hadist di atas adalah bahwa musyawarah dapat di percaya bagi orang yang ikut serta dalam musyawarah tersebut, maka jika musyawarah itu

tidak murni dan terdapat ketidak ikhlasan dalam mengikuti musyawarah itu hanyalah sebuah penghianatan atau ketidak jujuran. Dalam menghadapi permasalahan perlu adanya pertimbangan yang matang, dan hati yang ikhlas maka sesungguhnya mereka yang melakukan musyawarah adalah orang-orang yang mengharap kebaikan dan mengambil manfaat dari musyawarah tersebut (Dea, 2013).



BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Desain Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan April – Juni 2016 di Laboratorium Kimia Analitik dan Laboratorium Organik Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang. Jenis penelitian yang dilakukan adalah analisis timbal secara spektroskopi serapan atom menggunakan metode destruksi basah terbuka dan tertutup untuk menentukan kadar logam timbal pada *eyeshadow*. Penelitian ini bersifat kuantitatif menggunakan Rancangan Acak Kelompok (RAK).

Langkah yang dilakukan pada penelitian ini yaitu ditimbang 0,5 gr masing-masing sampel. Sampel yang digunakan adalah sampel *eyeshadow* merek yang terdaftar BPOM dan tidak terdaftar BPOM. Sampel yang telah ditimbang, ditambah dengan variasi zat pengoksidasi HNO_3 30 mL; $\text{HNO}_3:\text{HClO}_4$ (2:1); $\text{HNO}_3:\text{HClO}_4$ (3:1); $\text{HNO}_3:\text{HClO}_4$ (4:1); $\text{HNO}_3:\text{HClO}_4$ (5:1) kemudian dipanaskan. Pemanasan dilakukan pada suhu 100°C menggunakan *hot plate* dan refluks sampai volume berkurang setengah dari volume sebelumnya dan berwarna jernih. Selanjutnya larutan hasil destruksi disaring menggunakan kertas *Whattman* No.42 dan diencerkan menggunakan HNO_3 0,5 M. Diukur absorbansinya menggunakan spektroskopi serapan atom pada panjang gelombang 217 nm.

Penentuan zat pengoksidasi terbaik dilihat dari variasi komposisi yang memberikan hasil paling tinggi. Hasil dari zat pengoksidasi terbaik digunakan untuk mendestruksi masing-masing sampel. Dibuat kurva hubungan antara hasil dari absorbansi dan konsentrasi yang telah terbaca. Persamaan regresi yang

diperoleh dapat digunakan untuk menghitung kadar timbal yang ada pada sampel *eyeshadow*.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya seperangkat alat spektroskopi serapan atom (SSA) merek Varian Spectra AA 240, lemari asap, neraca analitik, peralatan gelas laboratorium, seperangkat alat refluks, dan *hot plate*. Selain itu juga digunakan botol semprot, spatula, dan kertas saring Whatman No. 42.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah larutan standar $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ E-Merck, HNO_3 p.a E-Merck, HClO_4 60% E-Merck, akuabides, dan sampel *eyeshadow* terdaftar dan tidak terdaftar BPOM berwarna hijau dan hitam dari 2 merek yang berbeda.

3.3 Tahapan Penelitian

1. Pengambilan dan preparasi sampel
2. Pembuatan kurva standar logam timbal
3. Penentuan zat pengoksidasi terbaik kadar timbal menggunakan variasi metode destruksi basah
4. Penentuan kadar logam timbal dalam sampel *eyeshadow* menggunakan SSA
5. Analisis data

3.4 Metode Penelitian

3.4.1 Pengambilan Sampel

Sampel yang diambil dalam penelitian ini yaitu sampel *eyeshadow* yang dibeli dari toko kosmetik dan kios kosmetik di Kota Malang. Sampel terdiri dari 1 merek sampel terdaftar BPOM dan 1 merek sampel tidak terdaftar BPOM. Masing-masing dari sampel tersebut kemudian dipilih warna hijau dan hitam saja.

3.4.2 Pembuatan Larutan Standar Timbal

3.4.2.1 Pembuatan Larutan Standar Timbal 10 ppm

Dipipet 1 ml larutan induk timbal 1000 ppm dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml, diencerkan dengan HNO_3 0,5 M sampai tanda batas dan dihomogenkan.

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

Dipipet 0 mL, 0,5 mL, 1 mL, 2 mL, 4 mL dan 7 mL larutan standar 10 ppm ke dalam labu ukur 50 mL dan diencerkan dengan HNO_3 0,5 M sampai tanda batas dan dihomogenkan.

3.4.2.3 Pembuatan Kurva Baku Timbal

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

3.4.3 Preparasi Sampel

Preparasi sampel pada penelitian ini dilakukan dengan cara ditimbang sebanyak 0,5 gr dari masing-masing sampel (2 sampel warna hijau dan 2 sampel

warna hitam) kemudian dihaluskan menggunakan mortar. Dipindahkan ke dalam gelas kimia kemudian dicampur. Diambil 0,5 gr dari campuran sampel kemudian dilakukan destruksi basah dengan zat pengoksidasi seperti pada tabel 3.1.

3.4.4 Penentuan Zat Pengoksidasi Terbaik Kadar Timbal Menggunakan Variasi Metode Destruksi Basah

3.4.4.1 Destruksi Basah Terbuka

Sebanyak 0,5 gr sampel campuran ditimbang dan dimasukkan ke dalam gelas kimia 50 mL. Ditambahkan zat pengoksidasi seperti tabel 3.1. Kemudian dipanaskan diatas *hotplate* pada suhu 100° C sampai volume berkurang dari volume yang sebelumnya dan larutan berwarna jernih yang menandakan bahwa proses destruksi telah sempurna. Larutan hasil destruksi didinginkan pada suhu ruang. Setelah dingin, larutan disaring menggunakan kertas saring *Whatman* No.42. Diencerkan dengan HNO₃ 0,5 M dalam labu ukur 20 mL dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang 217 nm. Dilakukan 3 kali pengulangan.

3.4.4.2 Destruksi Basah Tertutup

Sebanyak 0,5 gr sampel campuran ditimbang kemudian dimasukkan ke dalam labu alas bulat. Ditambahkan zat pengoksidasi seperti pada tabel 3.1. Dipanaskan dengan refluks pada suhu 100° C sampai larutan berwarna jernih yang menandakan bahwa proses destruksi telah sempurna. Larutan hasil destruksi didinginkan pada suhu ruang. Setelah dingin, larutan disaring menggunakan kertas saring *Whatman* No.42. Diencerkan dengan HNO₃ 0,5 M dalam labu ukur 50 mL dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang 217 nm. Dilakukan 3 kali pengulangan.

Berat sampel campuran (gr)	Zat pengoksidasi	Volume
0,5	Larutan HNO_3 p.a	30 mL
0,5	Larutan $\text{HNO}_3/\text{HClO}_4$ 2:1 (20 mL : 10 mL)	30 mL
0,5	Larutan $\text{HNO}_3/\text{HClO}_4$ 3:1 (22,5 mL : 7,5 mL)	30 mL
0,5	Larutan $\text{HNO}_3/\text{HClO}_4$ 4:1 (24 mL : 6 mL)	30 mL
0,5	Larutan $\text{HNO}_3/\text{HClO}_4$ 5:1 (25 mL : 5 mL)	30 mL

Tabel 3.1 Variasi zat pengoksidasi

3.5 Analisis Kadar Timbal Sampel *Eyeshadow* dengan Zat Pengoksidasi dan Metode Destruksi yang Terbaik

Hasil dari zat pengoksidasi dan metode destruksi basah yang terbaik diujikan pada masing-masing sampel. Langkah yang dilakukan yaitu ditimbang 0,5 gr dari masing-masing sampel kemudian ditambah dengan larutan zat pengoksidasi terbaik sebanyak 30 mL dan dipanaskan pada suhu 100°C sampai berwarna jernih. Selanjutnya didinginkan pada suhu ruang dan disaring menggunakan kertas *Whattman* No.42. Diencerkan dengan HNO_3 0,5 M. Hasil yang diperoleh dianalisis menggunakan spektroskopi serapan atom pada panjang gelombang 217 nm. Dilakukan 3 kali pengulangan.

Tabel 3.2 Variasi sampel dan pengulangan zat pengoksidasi

Ulangan Sampel	U ₁	U ₂	U ₃
Sampel A ₁	U ₁ A ₁	U ₂ A ₁	U ₃ A ₁
Sampel A ₂	U ₁ A ₂	U ₂ A ₂	U ₃ A ₂
Sampel B ₁	U ₁ B ₁	U ₂ B ₁	U ₃ B ₁
Sampel B ₂	U ₁ B ₂	U ₂ B ₂	U ₃ B ₂

Keterangan : A₁ : sampel warna hitam terdaftar BPOM; A₂ : sampel warna hitam tidak terdaftar BPOM; B₁: sampel warna hijau terdaftar BPOM; B₂: sampel warna hijau tidak terdaftar BPOM

3.6 Analisis Data

Data yang diperoleh dalam penelitian ini adalah kadar logam Pb hasil destruksi basah dengan hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi, sehingga nilai yang di dapat adalah *Slope* dan *Intersep*. Kemudian data dimasukkan ke dalam persamaan regresi linier.

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

dimana,X adalah absorbansi sampel; Y adalah konsentrasi sampel ; b adalah *slope* dan a adalah *intersep*.

Nilai absorbansi diperoleh dari persamaan regresi kurva standar. Nilai konsentrasi kadar logam Pb diketahui dengan menggunakan persamaan sebagai berikut.

$$\text{Kadar logam Pb} = \frac{Bxfp}{w} \dots\dots\dots (3.2)$$

dimana

f_p = Faktor Pengenceran (L)

B = kadar yang terbaca instrumen (mg/kg)

W = berat sampel (g)

Two Way Anova atau analisis variasi dua arah akan menunjukkan bahwa terdapat lebih dari satu faktor perlakuan. Hipotesis awal (H_0) dan hipotesis alternatif (H_1) dimana H_0 ditolak apabila $F_{Hitung} > F_{Tabel}$. F_{Tabel} didapatkan dari tabel F signifikansi 0,05. Sedangkan F_{Hitung} diperoleh dari pengolahan data menggunakan *software* SPSS atau dengan perhitungan manual. F_{Hitung} diperoleh dari persamaan berikut.

$$F_{Hitung} = \frac{KTP}{KTG} \dots\dots\dots (3.3)$$

dimana :

KTP = Kuadrat Tengah Perlakuan

KTG = Kuadrat Tengah Galat

Variasi metode destruksi dan pengulangan dapat dilihat pada tabel 3.3.

Tabel 3.3 Variasi metode destruksi dan zat pengoksidasi

Destruksi Basah (D)	Ulangan (U)	Variasi Zat Pengoksidasi (P)				
		P ₁ (HNO ₃ 10 mL)	P ₂ (HNO ₃ /HClO ₄ 2:1)	P ₃ (HNO ₃ /HClO ₄ 3:1)	P ₄ (HNO ₃ /HClO ₄ 4:1)	P ₅ (HNO ₃ /HClO ₄ 5:1)
Terbuka (D ₁)	1					
	2					
	3					
Tertutup (D ₂)	1					
	2					
	3					

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian tentang analisis kadar timbal (Pb) pada *eyeshadow* dengan variasi zat pengoksidasi dan metode destruksi basah menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA) bertujuan untuk menentukan metode dan zat pengoksidasi terbaik untuk mendestruksi sampel dan mengetahui kadar timbal pada masing-masing sampel. Penelitian ini dilakukan dengan beberapa tahapan penelitian. Tahapan-tahapan tersebut adalah pemilihan sampel, pembuatan kurva standar logam timbal, penentuan zat pengoksidasi terbaik kadar timbal menggunakan variasi metode destruksi basah, penentuan kadar timbal dalam sampel *eyeshadow* menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA), serta analisis data.

4.1 Pemilihan Sampel

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini berupa *eyeshadow*. Sampel ini terdiri atas 2 macam variasi dimana 1 merek sampel terdaftar pada BPOM dan 1 merek sampel yang lain tidak terdaftar pada BPOM. Warna yang digunakan adalah warna hijau dan hitam dari masing-masing merek. Pemilihan warna ini dikarenakan warna hijau dan hitam merupakan warna yang sering digunakan oleh konsumen. Selain itu, berdasarkan penelitian yang telah dilakukan sebelumnya pada warna hijau dan hitam terdapat kadar timbal yang cukup tinggi.

Sampel diperoleh secara acak dari toko kosmetik dan beberapa kios kosmetik yang ada di supermarket Kota Malang. Sampel yang dipilih diharapkan dapat mewakili populasi yang akan diamati. Dipilih sampel yang terdaftar dan tidak terdaftar pada BPOM bertujuan untuk mengetahui perbandingan kadar timbal didalamnya sehingga dapat mengetahui apakah kadar timbal pada merek

yang tidak terdaftar BPOM memiliki kadar timbal yang lebih tinggi dibandingkan dengan merek yang sudah terdaftar BPOM.

Masing-masing sampel yang telah diperoleh selanjutnya dihomogenkan dengan cara diambil dari wadah menggunakan spatula dan dihaluskan menggunakan mortar sampai halus. Tujuan dari penghalusan ini adalah untuk memperbesar luas permukaan dari sampel agar mempercepat reaksi saat destruksi berlangsung. Kemudian masing-masing sampel (warna hijau dan hitam) baik yang terdaftar maupun yang tidak terdaftar BPOM ditimbang sebanyak 0,5 gr menggunakan neraca analitik dan dicampur menggunakan batang pengaduk. Pencampuran dari sampel dilakukan agar dapat mewakili dari masing-masing sampel untuk menentukan zat pengoksidasi terbaiknya. Batang pengaduk digunakan agar tidak ada kemungkinan logam lain yang dapat mempengaruhi hasil analisis..

Sampel yang digunakan akan dianalisis kadar timbalnya melalui beberapa tahapan penelitian. Tahapan penelitian ini dilakukan agar didapat hasil yang akurat untuk mengetahui kadar timbal yang ada pada sampel berwarna hijau dan hitam yang terdaftar pada BPOM dan tidak terdaftar pada BPOM. Penyimpanan sampel dilakukan pada suhu ruang dan terhindar dari sinar matahari secara langsung.

4.2 Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb)

Metode yang umum digunakan dalam analisis kuantitatif adalah menggunakan kurva standar. Pembuatan kurva standar ini dilakukan menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA). Dalam penelitian ini akan digunakan FAAS (*Flame Atomic Absorption Spectrometry*) yang sesuai untuk

analisis kadar timbal dimana pada proses atomisasinya digunakan *burner* (nyala api) sebagai tempat atomisasi dan timbal memiliki sifat yang tidak mudah menguap.

Optimasi alat perlu dilakukan sebelum menggunakan SSA. Menurut Supriyanto, dkk (2011) menyatakan bahwa optimasi alat bertujuan untuk mencari kondisi optimum suatu alat untuk menghasilkan respon terbaik. Kondisi optimum dari alat dapat ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Parameter pengukuran Pb secara SSA

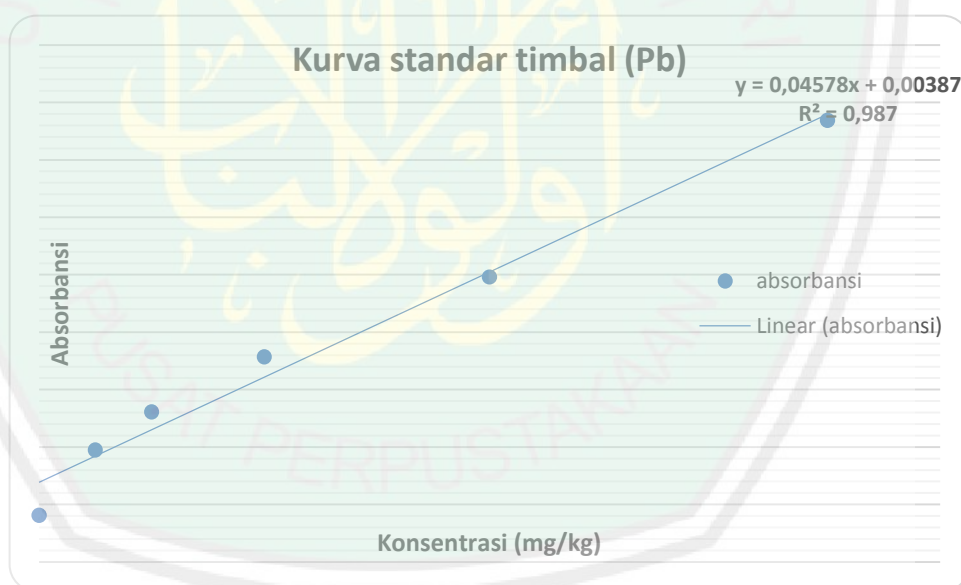
Parameter	Kondisi Optimum
Panjang Gelombang	217 nm
Lebar Celah	1,0 nm
Arus Lampu Katoda	10,0 μ A
Laju Alir Udara	10,0 L/menit
Laju Alir Asetilen	2,0 L/menit

Tahapan selanjutnya setelah optimasi yaitu pembuatan blanko. Blanko yang digunakan adalah HNO_3 dan HClO_4 . Kedua bahan ini disesuaikan dengan larutan yang digunakan untuk mendestruksi sampel yaitu HNO_3 , sedangkan HClO_4 berfungsi untuk membantu mendestruksi sampel.

Tahapan setelah pembuatan blanko yaitu pembuatan kurva standar Pb. Konsentrasi yang digunakan yaitu 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,8; dan 1,4 ppm. Pengukuran

nilai absorbansi dilakukan pada panjang gelombang 217 nm dikarenakan timbal dapat menyerap cahaya pada panjang gelombang tersebut.

Hasil dari pengukuran absorbansi tersebut selanjutnya dibuat kurva hubungan antara konsentrasi (sumbu x) dan absorbansi (sumbu y) seperti pada gambar 4.1. Hubungan antara absorbansi dan konsentrasi ini akan menghasilkan persamaan garis regresi $y = ax + b$. Grafik tersebut menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi suatu zat atau senyawa maka semakin besar absorbansi radiasi oleh atom bebasnya



Gambar 4.1 Kurva standar timbal (Pb)

Berdasarkan gambar 4.1 dapat dilihat kelinieran dari kurva standar timbal dengan melihat nilai koefisien relasi (R^2). Apabila nilai koefisien relasi dari kurva mendekati 1 maka menunjukkan slope yang positif. Linearitas dari kurva timbal

memiliki nilai 0,980, artinya $\pm 98\%$ perubahan absorbansi dipengaruhi oleh perubahan konsentrasi merkuri, sedangkan $\pm 2\%$ merupakan faktor lain.

Uji linieritas perlu dilakukan untuk membuktikan adanya hubungan yang linier antara konsentrasi analit dengan respon alat. Berdasarkan nilai R^2 tersebut dapat diketahui bahwa alat dalam keadaan baik. Persamaan regresi yang didapat yaitu $y = 0,04578x + 0,00387$. Dari persamaan tersebut dapat digunakan untuk menghitung konsentrasi sampel.

4.3 Penentuan Zat Pengoksidasi Terbaik Kadar Timbal Menggunakan Variasi Metode Destruksi Basah

Destruksi dilakukan sebagai proses pemutusan ikatan-ikatan senyawa organik yang terdapat dalam sampel sehingga yang tersisa hanya senyawa anorganik. Metode destruksi yang dilakukan pada penelitian ini yaitu destruksi basah terbuka dan tertutup. Destruksi basah terbuka dilakukan menggunakan gelas kimia yang diletakkan dalam penangas, sedangkan destruksi basah tertutup menggunakan refluks dimana keduanya dipanaskan diatas *hot plate*. Selain untuk variasi, penggunaan refluks dilakukan untuk meminimalisir kehilangan analit ketika dipanaskan.

Menurut Rahmawati (2015), pemanasan dilakukan untuk mempercepat proses pemutusan ikatan senyawa kompleks antara logam dengan senyawa organiknya. Pada dasarnya kekuatan ikatan senyawa ionik lebih besar dibandingkan dengan ikatan kovalen. Pemanasan akan mempercepat pemutusan ikatan kovalen pada senyawa organik terlebih dahulu, sedangkan pemanasan saat destruksi akan memutus ikatan organologam menjadi anorganik.

Menurut Hidayat (2016), prinsip dari destruksi menggunakan refluks adalah perombakan senyawa organik dalam sampel yang hampir sama dengan destruksi basah, hanya saja sistem komponennya menggunakan komponen tertutup. Proses destruksi menggunakan refluks juga dilakukan tahapan yang sama dengan destruksi basah terbuka. Kelebihan dari metode ini adalah meminimalisir kehilangan analit, sehingga dengan sistem tertutup dapat memaksimalkan proses destruksi.

Larutan pengoksidasi sangat penting digunakan dalam proses destruksi. Larutan ini akan mengoksidasi dan memutus ikatan antara timbal dengan analit-analit yang ada pada *eyeshadow*. Pada penelitian ini larutan pengoksidasi yang digunakan sebanyak 30 mL untuk setiap 0,5 gr sampel *eyeshadow*. Variasi larutan pengoksidasi yang digunakan yaitu HNO_3 30 mL; $\text{HNO}_3:\text{HClO}_4$ (2:1); $\text{HNO}_3:\text{HClO}_4$ (3:1); $\text{HNO}_3:\text{HClO}_4$ (4:1); dan $\text{HNO}_3:\text{HClO}_4$ (5:1). Penggunaan zat pengoksidasi yang berbeda bertujuan untuk menentukan zat pengoksidasi terbaik yang akan digunakan untuk menentukan kadar timbal pada sampel *eyeshadow*. Penentuan zat pengoksidasi terbaik dapat diketahui dari hasil konsentrasi yang paling tinggi.

Proses destruksi dilakukan pada suhu 100 C. Asam nitrat mempunyai titik didih 121 C sehingga apabila dilakukan pemanasan 100 C dapat mencegah larutan asam nitrat cepat habis sebelum proses destruksi selesai (Wulandari, 2013). Selama pemanasan, sampel sesekali diaduk menggunakan batang pengaduk agar hasil destruksi maksimal. Pemanasan dihentikan ketika larutan telah berwarna jernih dan volumenya berkurang dari volume yang sebelumnya. Hal ini menunjukkan bahwa ikatan logam dalam sampel telah terputus sehingga diperoleh

analit berupa Pb ionik. Akibat dekomposisi bahan organik oleh asam nitrat, senyawa organik dalam sampel yang berikatan dengan logam timbal akan terlepas kemudian dirubah dalam bentuk garamnya menjadi logam $-(NO_3)_x$ yang mudah larut dalam air.

Hasil dari destruksi diencerkan dengan HNO_3 0,5 M. Diencerkan menggunakan konsentrasi tersebut dikarenakan larutan sampel harus berada pada matriks yang identik dengan larutan standar. Selanjutnya dianalisis menggunakan SSA yang merupakan instrumen yang hanya spesifik pada senyawa yang akan dianalisis. Rata-rata hasil yang didapat pada destruksi basah terbuka dan tertutup

Larutan pengoksidasi	Destruksi terbuka (mg/kg)	Destruksi tertutup (mg/kg)
HNO_3 30 mL	27,2	39,93
$HNO_3 : HClO_4$ (2:1)	29,28	83,96
$HNO_3 : HClO_4$ (3:1)	25,34	72,3
$HNO_3 : HClO_4$ (4:1)	26,28	71,2
$HNO_3 : HClO_4$ (5:1)	19,90	40,93

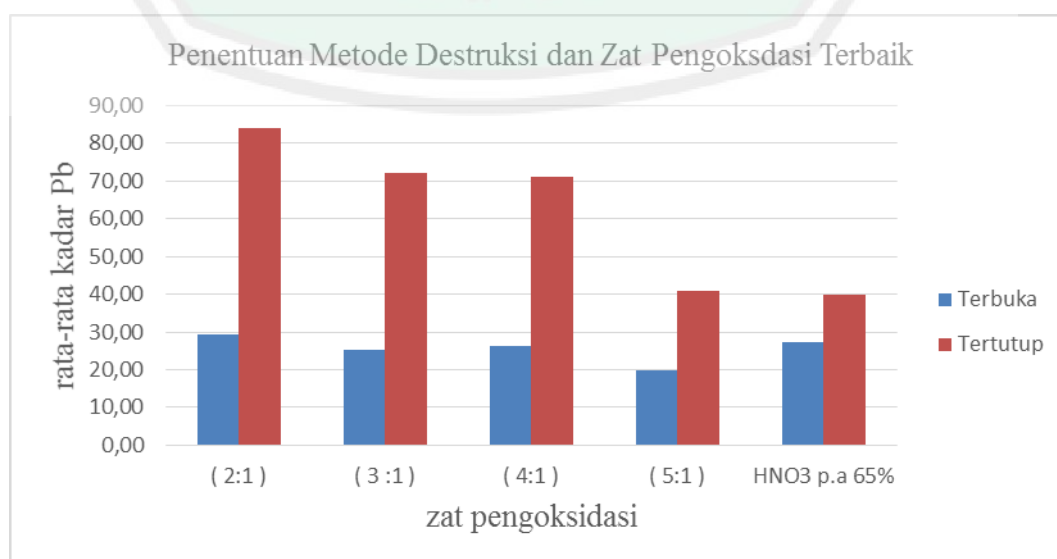
dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Rata-rata nilai Pb (ppm) dengan variasi destruksi basah dan zat pengoksidasi

Zat pengoksidasi terbaik untuk mendestruksi sampel *eyeshadow* adalah dengan variasi komposisi larutan pengoksidasi $HNO_3:HClO_4$ (2:1) dan dilakukan dengan destruksi menggunakan refluks. Larutan pengoksidasi tersebut merupakan

oksidator terbaik untuk mendestruksi sampel. Larutan HNO_3 merupakan larutan pengoksidasi utama yang paling sering digunakan untuk mendestruksi sampel karena sifatnya yang dapat melarutkan timbal (Pb). Akan tetapi hasil destruksi akan lebih maksimal jika digunakan juga pengoksidasi lain.

Kekuatan dari suatu asam dapat dilihat dari nilai PKa. Nilai PKa HClO_4 dan HNO_3 berturut-turut adalah -7 dan -1,3 ($\text{HClO}_4 > \text{HNO}_3$). Semakin kecil nilai PKa maka akan semakin mudah untuk melepaskan ion hidrogen sehingga kekuatan asamnya semakin besar. Selain itu, kekuatan suatu asam dalam mengoksidasi juga dapat dilihat dari bilangan oksidasinya. Bilangan oksidasi HClO_4 adalah +7 sedangkan HNO_3 adalah +5. Pada perbandingan 2:1 jumlah HClO_4 yang digunakan lebih banyak dari pada variasi zat pengoksidasi yang lain. Semakin banyak HClO_4 yang digunakan maka akan semakin baik kekuatannya dalam membantu HNO_3 untuk mendestruksi sampel agar mendapatkan hasil destruksi yang maksimal. Hasil ini dapat dilihat dari konsentrasi Pb pada destruksi basah terbuka dan tertutup yang paling tinggi seperti pada Grafik 4.1.

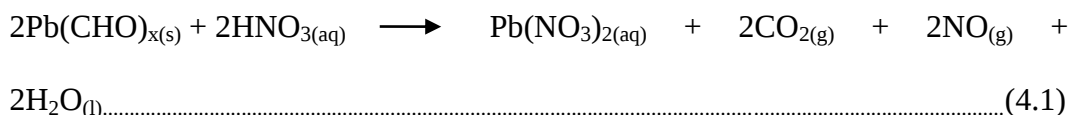


Grafik 4.1 Penentuan metode destruksi dan zat pengoksidasi terbaik

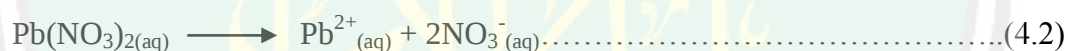
Sifat dari HNO_3 dan HClO_4 yang volatil juga dapat berpengaruh pada hasil destruksi. Dengan sistem terbuka akan semakin banyak HNO_3 dan HClO_4 yang teruapkan, sehingga akan semakin sedikit zat pengoksidasi yang berperan untuk mendestruksi sampel. Hasil dari destruksi ini juga akan mempengaruhi kadar timbal yang diperoleh.

Volume dan kadar timbal yang dihasilkan pada destruksi tertutup lebih besar dari destruksi terbuka. Perbedaan ini dikarenakan pada sistem tertutup tidak banyak senyawa yang menguap dan pada sistem ini juga mempunyai tekanan yang lebih besar dari pada sistem terbuka. Tekanan yang lebih besar akan mempercepat putusnya ikatan-ikatan kimia senyawa organik yang ada pada sampel *eyeshadow* sehingga hasil destruksinya dapat maksimal. Selain itu jumlah volume yang lebih banyak dikarenakan uap yang dihasilkan pada sistem tertutup akan dikembalikan ke labu alas bulat oleh kondensor, sedangkan pada sistem yang terbuka uap yang dihasilkan akan langsung dilepas ke lingkungan. Menurut Hidayat (2016), Sistem dalam labu alas bulat mengalami reaksi eksotermis dimana sistem melepaskan kalor ke lingkungannya. Kalor yang terlepas akan diterima dan didinginkan oleh kondensor. Sistem dalam kondensor tersebut mengalami reaksi endotermis, dimana sistem menerima kalor dari lingkungannya.

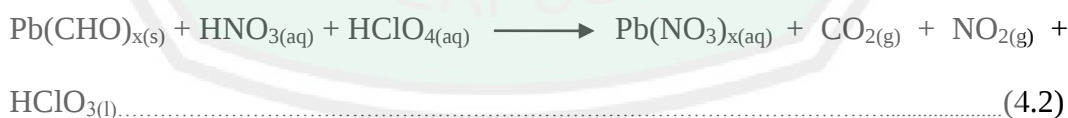
Reaksi yang terjadi ketika sampel didestruksi dengan asam nitrat sebagai berikut:



Logam Pb pada sampel *eyeshadow* yang berikatan dengan senyawa organik $(\text{CHO})_x$ akan dioksidasi oleh asam nitrat menjadi bentuk garamnya $(\text{Pb}(\text{NO}_3)_2)$, sedangkan senyawa organiknya akan membentuk gas CO_2 dan NO . Gas ini akan meningkatkan tekanan saat destruksi berlangsung. Saat pemanasan berlangsung, volume larutan akan berkurang dari volume sebelumnya. Hal ini dikarenakan senyawa yang mempunyai titik didih dibawah 100 C dapat menguap seperti H_2O . sedangkan senyawa $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ masih tetap tertinggal dalam sampel karena timbal mempunyai titik didih 1740 C. Timbal (II) nitrat akan terionisasi membentuk ion Timbal (II) dan ion nitrat seperti pada reaksi berikut:



Dalam penelitian ini digunakan juga HClO_4 untuk membantu mendestruksi sampel. Larutan pengoksidasi HClO_4 dapat memaksimalkan pemutusan logam timbal dari senyawa organik yang ada dalam sampel yang tidak dapat tereduksi oleh larutan HNO_3 . Reaksi yang terjadi sebagai berikut:



Analisis data dilakukan dengan Uji *Two Way Anova* untuk mengetahui kevalidan dari data yang diperoleh. Hasil dari uji ini akan menentukan hipotesis diterima atau ditolak. Hipotesis tersebut adalah :

1. H_0 = tidak ada pengaruh metode destruksi basah dan zat pengoksidasi terhadap kadar timbal (Pb).

2. H_1 = adanya pengaruh metode destruksi basah dan zat pengoksidasi terhadap kadar timbal (Pb).

Penentuan H_0 dan H_1 diterima atau ditolak dapat diketahui dengan mengikuti ketentuan sebagai berikut:

1. Jika $F_{hitung} > F_{tabel}$, maka H_0 ditolak.
2. Jika $F_{hitung} < F_{tabel}$, maka H_0 diterima.

Tabel 4.3 menunjukkan hasil nilai dari analisis statistik yang diperoleh.

Tabel 4.3 Data analisis statistik

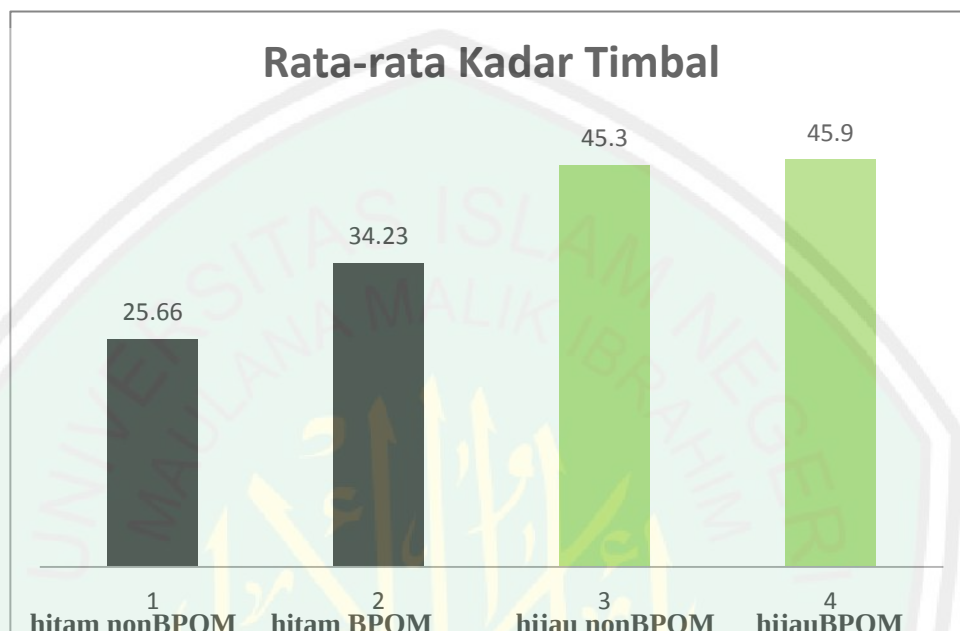
Source	Type III Sum of Squares	df	Mean Square	F table	F	Sig.
Coreccted Model	9825.369 ^a	5	1965.074	1.699	9.174	.000
Error	5141.058	24	214.211		-	
Total	72085.951	30	-		-	

Berdasarkan data yang diperoleh menggunakan signifikansi 0,05 sebagaimana lampiran 3 menunjukkan bahwa $F_{hitung} > F_{tabel}$. Hasil dari F_{hitung} yaitu 9,174 dan F_{tabel} yaitu 1,699 sehingga H_0 ditolak. Hal ini menunjukkan bahwa adanya pengaruh metode destruksi basah dan zat pengoksidasi terhadap kadar timbal (Pb).

4.4 Penentuan Kadar Timbal pada *Eyeshadow* dengan Zat Pengoksidasi Terbaik Menggunakan SSA

Hasil dari penentuan zat pengoksidasi terbaik yaitu $\text{HNO}_3\text{:HClO}_4$ (2:1) digunakan untuk menentukan kadar timbal pada masing-masing sampel. Sampel yang diuji terdiri atas masing-masing 1 sampel warna hitam dan hijau yang

terdaftar BPOM dan tidak terdaftar BPOM. Rata-rata dari kadar timbal pada setiap sampel dapat dilihat pada Grafik 4.2.



Grafik 4.2 Rata-rata kadar timbal sampel eyeshadow

Berdasarkan grafik 4.2 dapat diketahui bahwa semua sampel mengandung timbal diambang batas yang telah ditetapkan oleh pemerintah. Batas kandungan timbal pada kosmetik sesuai dengan Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor 17 Tahun 2014 tidak lebih dari 20 mg/kg. Hal ini tentunya tidak baik untuk kesehatan dan tidak layak untuk digunakan terutama untuk warna yang digunakan pada penelitian ini.

Hasil dari sampel yang terdaftar BPOM memiliki kadar timbal yang lebih tinggi dari sampel yang tidak terdaftar BPOM terutama pada warna hijau. Padahal seharusnya produk yang memiliki izin produksi dari BPOM tidak banyak menggunakan logam berat pada produksinya. Kadar yang tinggi ini dimungkinkan

adanya kerusakan dari bahan-bahan yang digunakan atau kontaminasi. Kontaminasi ini dapat berasal dari lingkungan yang masuk ke bahan dasar yang digunakan atau dapat juga kontaminasi saat proses produksi karena alat-alat yang digunakan saat proses pembuatan *eyeshadow* terbuat dari logam.

Logam timbal yang dianalisis pada penelitian ini tidak terdaftar sebagai bahan utama pada produk *eyeshadow*. Menurut Ayenimo (2010), kurangnya pengawasan saat proses pembuatan menyebabkan perusahaan tersebut tidak menyadari bahwa produknya telah terkontaminasi dengan logam-logam berbahaya. Kontaminasi ini dapat masuk ke produk kosmetik ketika bahan-bahan dasar yang digunakan memiliki kualitas yang rendah. Selain itu, logam-logam tersebut juga dapat berasal dari satu atau lebih bahan-bahan anorganik dasar yang digunakan. Pihak pembuat produk seharusnya lebih teliti dalam mengawasi dan melakukan uji terlebih dahulu bahan-bahan dasar yang digunakan mengandung logam berbahaya atau tidak sebelum produk tersebut dibuat sampai tahap akhir pembuatan agar mengetahui asal dari kontaminasinya.

Variasi warna yang digunakan ternyata memberikan kontribusi terhadap kadar timbal. Pewarna sintetik yang digunakan biasanya merupakan senyawa anorganik, khususnya melibatkan logam berbahaya seperti timbal. Senyawa PbCrO_4 biasanya digunakan untuk menghasilkan warna hijau (Fardiaz, 2010). Oleh karena itu, perlu memperhatikan warna pendukung dalam pemilihan kosmetika terutama *eyeshadow*.

Menurut Kamal, dkk (2005), senyawa timbal digunakan secara luas dalam industri cat. Senyawa PbCrO_4 digunakan untuk menghasilkan warna hijau. Dengan demikian dapat diketahui bahwa peningkatan kadar timbal dalam produk

terutama pada warna hijau disebabkan adanya reaksi antara produk dengan $PbCrO_4$ yang digunakan sebagai pigmen dan peningkatan semakin tinggi disebabkan semakin lama reaksi antara produk dengan kemasan. Selain itu menurut Erasiska, dkk (2015) salah satu faktor produsen menggunakan bahan-bahan yang mengandung logam karena logam memberikan warna yang lebih cerah terhadap produk kosmetik. Penggunaan kosmetik yang mengandung logam berat sangat membahayakan kesehatan karena jika digunakan dalam jangka waktu yang lama dapat menyebabkan kerusakan pada kulit seperti alergi, iritasi, bahkan dapat menyebabkan kanker kulit.

4.5 Kajian Mengenai Pigmen pada *Eyeshadow* dalam Perspektif Islam

Pigmen mempunyai peranan penting dalam pembuatan kosmetik. Pigmen tersebut akan menghasilkan warna-warna yang dapat menarik perhatian para konsumen, terutama untuk jenis kosmetika yang memiliki banyak berwarna seperti *eyeshadow*. Akan tetapi, penggunaan pigmen yang mengandung logam berat berlebih dapat berdampak negatif untuk kesehatan.

Hasil penelitian yang telah dilakukan menunjukkan bahwa dari semua sampel yang telah diuji terbukti positif mengandung logam timbal untuk sampel yang terdaftar maupun yang tidak terdaftar BPOM. Jumlah kadar timbal pada sampel yang terdaftar BPOM relatif lebih tinggi dibandingkan dengan sampel yang tidak terdaftar BPOM. Hal ini jelas tidak diperbolehkan dalam agama karena islam tidak memperbolehkan segala sesuatu dalam bentuk kemadharatan (berbahaya).

Allah SWT telah menciptakan semua yang ada di bumi dengan manfaatnya masing-masing. Dalam surat Al ‘Abassa (80): 24-32 telah dijelaskan mengenai manfaat dari tumbuh-tumbuhan.

لِيَنْظُرَ الْإِنْسَانُ إِلَىٰ طَعَامِهِ ۚ ٢٤ أَنَّا صَبَبْنَا الْمَاءَ صَبًّا ثُمَّ شَقَقْنَا الْأَرْضَ شَقًّا ۖ ٢٥ فَأَنْبَتْنَا فِيهَا حَبًّا وَعِنَبًا وَقَضْبًا وَزَيْتُونًا وَنَخْلًا وَحَدَائِقَ غُلْبًا ۖ ٣٠ وَفَكْهَةً وَأَبَا ۖ ٣١ مَتَّعَلُّكُمْ وَلِيَأْنَعِمَ ۖ ٣٢

“Maka hendaklah manusia itu memperhatikan makanannya (24) Sesungguhnya Kami benar-benar telah mencurahkan air (dari langit) (25) Kemudian Kami belah bumi dengan sebaik-baiknya (26) Lalu Kami tumbuhkan biji-bijian di bumi itu (27) Anggur dan sayur-sayuran (28) Zaitun dan kurma (29) Kebun-kebun (yang) lebat (30) Dan buah-buahan serta rumput-rumputan (31) Untuk kesenanganmu dan untuk binatang-binatang ternakmu (32)”.

Zat warna yang ada pada tumbuhan dapat diambil dan dimanfaatkan sebagai pigmen untuk eyeshadow. Tentunya pigmen yang dihasilkan tidak akan berdampak negatif apabila digunakan dalam jangka waktu yang lama. Namun kelemahannya, kemungkinan daya simpan dari produk yang berbahan alami akan lebih pendek dibandingkan dengan produk yang berbahan dasar sintesis.

Selain tumbuhan, manfaat dari hewan telah dijelaskan dalam surat An Nahl (16): 69.

ثُمَّ كُلِي مِن كُلِّ الثَّمَرَاتِ فَاسْلُكِي سُبُلَ رَبِّكِ ذُلَالًا يَخْرُجُ مِنْ بَطُونِهَا شَرَابٌ مُّخْتَلِفٌ أَلْوَنُهُ فِيهِ شِفَاءٌ لِلنَّاسِ ۚ إِنَّ فِي ذَٰلِكَ لَآيَةً لِّقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ

“Kemudian makanlah dari tiap-tiap (macam) buah-buahan dan tempuhlah jalan Tuhanmu yang telah dimudahkan (bagimu). Dari perut lebah itu ke luar minuman (madu) yang bermacam-macam warnanya, di dalamnya terdapat obat yang menyembuhkan bagi manusia. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda (kebesaran Tuhan) bagi orang-orang yang memikirkan”.

Seorang muslim yang berakal tentunya dapat memilih produk kosmetik yang sesuai dengan aturan yaitu yang telah berstandar dan tidak mempunyai

dampak negatif yang besar bagi kesehatannya. Seorang produsen yang baik juga akan memilih bahan-bahan yang baik dan tidak merugikan konsumennya. Allah SWT berfirman dalam surat Al Baqarah (2):169:

إِنَّمَا يَأْمُرُكُمْ بِالسُّوءِ وَالْفَحْشَاءِ وَأَنْ تَقُولُوا عَلَى اللَّهِ مَا لَا تَعْلَمُونَ

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

Ibnu Katsir (2000) menafsirkan bahwa sesungguhnya syaitan adalah musuh kalian yang hanya memerintahkan kalian kepada perbuatan-perbuatan yang jahat dan perbuatan-perbuatan dosa besar, seperti zina dan lain-lainnya dan yang paling parah diantaranya adalah mengatakan hal-hal yang tanpa didasari pengetahuan dan setiap perbuatan madharat. Hikmah yang dapat diambil dari ayat tersebut adalah untuk tidak menggunakan bahan berbahaya seperti logam berat secara berlebih sebagai bahan dasar pembuatan kosmetik karena hal tersebut merupakan salah satu langkah syaitan untuk menggoda manusia dan dapat membahayakan orang lain. Sesuatu yang dilakukan atas dasar kebaikan juga akan memberikan rezeki yang baik bagi pelakunya, dalam hal ini adalah bagi produsen.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan tahapan penelitian yang telah dilakukan dan hasil yang telah diperoleh dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Metode destruksi basah terbaik pada penelitian ini yaitu metode destruksi basah tertutup menggunakan refluks dan zat pengoksidasi yang memberikan hasil terbaik untuk mendestruksi sampel *eyeshadow* adalah $\text{HNO}_3:\text{HClO}_4$ (2:1).
2. Rata-rata kadar timbal yang diperoleh berturut-turut pada masing-masing sampel *eyeshadow* adalah 25,56 mg/kg (warna hitam nonBPOM); 34,23 mg/kg (warna hitam BPOM); 45,3 mg/kg (warna hijau nonBPOM); dan 45,9 mg/kg (warnahijau BPOM).

5.2 Saran

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan ada beberapa hal yang perlu diperhatikan untuk memperbaiki dan mengembangkan penelitian selanjutnya, diantaranya:

1. Perlu dilakukan analisis timbal pada variasi warna yang lain menggunakan metode destruksi basah dan zat pengoksidasi terbaik seperti pada penelitian ini agar mengetahui perbedaan kadar timbal yang ada di dalamnya.
2. Dapat diaplikasikan juga metode tersebut pada jenis *eyeshadow* yang lain seperti *eyeshadow* dalam bentuk *cream* dan pensil.

3. Perlu dilakukan variasi zat pengoksidasi $\text{HNO}_3:\text{HClO}_4$ 1:1 dan membandingkan metode destruksi basah dengan metode destruksi yang lain.
4. Perlu dilakukan ekstraksi untuk mengambil pigmen pada *eyeshadow* agar kadar yang diperoleh dapat maksimal.
5. Berhati-hati dalam memilih jenis kosmetik setelah mengetahui bahaya yang diakibatkan.



DAFTAR PUSTAKA

- Amit, S.C., Reka B., Atul, K.S., Sharad, S.L., Dinesh, K.C., and Vinayak, S.T. 2010. Determination of Lead and Cadmium and Cosmetic Product. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 2(6):92-97.
- Anderson, R. 1987. *Sample Pretreatment and Separation*. New York : John Willey & Sons.
- Ardyanto, Denny. 2005. Deteksi Pencemaran Timah Hitam (Pb) Dalam Darah Masyarakat Yang Terpajan Timbal (Plumbum). *Jurna lKesehatan Lingkungan* (2) : 67-76.
- Ayenimo, J.G, Yusuf, A.M, Adekunle, A.S. 2010. Heavy Metal Exposure From Personal Care Products. *Journal of Bull Environment, Contamination, Toxicol*, 84(1):8-14.
- Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia. 2011. *Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor HK.03.1.23.08.11.07331 tentang Metode Analisis Penetapan Kadar Cemar Logam Berat (Arsen, Kadmium, Timbal, dan Merkuri) dalam Kosmetika*. Jakarta : BPOM.
- Balsam, M.S. 1972. *Cosmetic Science and Technology Second Edition*. London: Jhon Willy and Son, Inc.
- Boybuldanlis, Haryati. 2009. *Analisis Unsur Pengotor Fe, Cr, dan Ni dalam Larutan Uranil Nitrat Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom*. Sdm Teknologi Nuklir. ISSN 1978-0176.
- Christian, G.D. 2003. *Analitycal Methods for Atomic Absorbtion Spectroscopy*. The Perkins-Elmer Corporation. United State of Amerika.
- Darmono. 1995. *Logam dalam Sistem Biologi Makhlu kHidup*. Jakarta : UI Press.
- Day, Jr, R. A., Underwood, A. L. 1989. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta: Erlangga.
- Dewi, Diana Chandra. 2012. Determinasi Kadar Logam Timbal (Pb) Dalam Makanan Kaleng Menggunakan Destruksi Basah Dan Destruksi Kering. *Alchemy* 2(1):12-25.
- Dea, Andika. 2013. Dalil Musyawarah. <http://ulya-gisty.blogspot.com/2012/06/musyawah-dalam-pandangan-islam.html> - . Diakses pada 13 September 2016.

- DJ Fernier. 2001. *eMed. J.*, 2(5):1-7.
- Erasiska, Subardi Bali, T. Abu Hanifah. 2015. Analisis Kandungan Logam Timbal, Kadmium, dan Merkuri dalam Produk Krim Pemutih Wajah. *JOMF MIPA Universitas Riau* Vol. 2 No. 1.
- Gandjar, G.H. dan Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Ganiswara. 1995. *Farmakologi dan Terapan Edisi IV*. Jakarta: Bagian Farmakologi Fakultas Kedokteran Universitas Jakarta.
- Hepp, Nancy M., William, R.M., John, Cheng. 2009. Determination of Total Lead in Lipstick: Development and Validation of a Microwave-Assisted Digestion, Inductively Coupled Plasma-mass Spectrometric Method. *J. Cosmet.Sci* 60 : 405-404.
- Hidayat, Yayan Sofyan. 2016. Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) Dalam Coklat Batang Menggunakan Variasi Metode Destruksi dan Zat Pengoksidasi Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). *Skripsi Tidak Diterbitkan*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Malang.
- Hidayati, Ervina Nur. 2013. Perbandingan Metode Destruksi Pada Analisis Pb Dalam Rambut Dengan AAS. *Skripsi*. Semarang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.
- Horwitz, W. 1975. *Official Methods Of Association Of Official Analytical Chemistry 12th ed*. McGraw-Hill : New York.
- Iman, A., Sami, A., and Neptune, S. 2009. Assesment of Lead in Cosmetic Product, Regulatory Toxicology and Pharmacology, 54:105-113.
- Jaya, Farida, Guntarti, A., Kamal, Zainul. 2013. Determination Of Pb Levels in Various Shampoo Brands by Atomic Adsorption Spectrophotometry Methods. *Pharmaciana*, Vol. 3(2):9-13.
- Kalaskar, M. M. 2012. Quantitative Analysis of Heavy Metals From Vegetables of Amba Nalain Amravati District. *Der pharma Chemical*, 4:2373-2377.
- Katsir, I. 2000. Tafsir Ibnu Katsir. Bandung: Sinar Bau Algesindo.
- Khopkar, S. M. 2010. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta : UI-Press.
- Ma, G dan Gonzalez, G. W. 1997. Flame Atomic Absorption Spectrometry. (<http://www.cce.vt.edu>). diakses 27 Desember 2015.
- 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) 01-3751-2006. *Skripsi Diterbitkan*. Medan: Universitas Sumatera Utara.
- Marseno, Puput. 2006. Analisis Kadar Timbal (Pb) dan Khromium (Cr) Dalam Maskara Dengan Spektrofotometer Serapan Atom. *Skripsi*. Surakarta: Fakultas Farmasi Universitas Muhammadiyah Surakarta.
- Mohammed, N.A, Jabber, H.H. 2014. Determination of Heavy Metals in Some Cosmetics Available in Locally Markets. *IOSR-Journal of Environmental Science, Toxicology, Food Technology (IOSR-JESTFT)*, 8 : 09-12.
- Muhammad D, Nasir, F.R.A., Sumari, S.M., Ismail, Z.S., Omar, N.A.. 2011. Nurseryschool, Characterization of Heavy Metal Content Indoor Dust. *Asian Journal of Environment-Behavior Studies*, 2 (6) : 53-60.
- Muhammad, D. Faruruwa, Stephen P. Bartholomew. 2014. Study of Heavy Metals Content in Facial Cosmetics Obtained from Open Market and Superstores within Kaduna Metropolis, Nigeria. *American Journal of Chemistry and Application*, Vol 1, No. 2, pp. 27-33.
- N. R. Ekere, J. N. Ihedioha, T. I. Oparanozie, F. I. Ogbuefi-Chima, and J. Ayogu. 2014. Assessment of Some Heavy Metals in Facial Cosmetic Product. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 6(8):561-564.
- Nourmoradi, N, Forogi, M, Farhadkhani, M., and Vahid, D,M. 2013. Assesment of Lead and Cadmium Levels in Frequently Used Cosmetic Products in Iran. *Journal of Enviromental and Public Health*, article 962727, pp 5.
- Omolaoye, J,A., Uzairu, A. and Gimba, C.E. 2010. Heavy Metals Assesment on Some Ceramic Products Imported into Nigeria from China. *Arcives of Applied Science Research*, 2(5):120-125.
- Palar.H., 2004. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta: Rineka cipta.
- Patel, Rames. 2011. *Surfactan and Emulsifier*, Online (<http://www.indiamart.com/matangiindustries/surfactants-and-emulsifiers.html>), diakses 27 Desember 2015.
- Rahmawati, Eny. 2015. Analisis Kadar Logam Tembaga (Cu) Pada Permen Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). *Skripsi Tidak Diterbitkan*. Malang : Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Malang.
- Sainio E, Jolanki R, Hakala E, Kanerva L. 2000. Metal and Arsenicin *Eyeshadows* Contact Dermatitis, 42 : 5-10.
- Shiddieqy, T. 2000. *Tafsir Al Quranul Majid AnNuur*. Semarang: PT. Pustaka Rizki Putra.
- Shihab, Quraish. 2000. *Tafsir Maudlu'I Atas Pelbagai Persoalan Umat*. Bandung: Mizan.

- Soedigdo. 1981. *Permasalahan Kimia Masa Kini*. Bandung: Institut Teknologi Bandung.
- Sukender, *et al.* 2012. AAS Estimation of Healthy Metals and Trace Elements in Indian Herbal Cosmetic Preparations. *Research Journal of Chemical Sciences* 2 (3): 46-51.
- Sukei dan Setyaningrum, A. 2013. Preparasi Penentuan Ca, Na, dan K dalam Nugget Ayam-Rumput Laut (*Eucheumacottoni*). *Jurnal Sains dan Seni Pomits* Vol 2, No. 1, 2337-3520. Institut Sepuluh Nopember.
- Sumardi. 1981. Metode Destruksi Contoh Secara Kering Dalam Analisis Unsur-Unsur Fe, Cu, Mn, dan Zn dalam Contoh-Contoh Biologis. *Prosiding Seminar Nasional Metode Analisis Lembaga Kimia Nasional*. Jakarta: LIPI.
- Supriyanto, C, Samin dan Sunardi. Perbandingan Analisis Unsur Cu, Cr, dan Fe dalam Cuplikan Biota Menggunakan Metode AANC dan SSA. *Jurnal Sains dan Teknologi Nuklir Indonesia*. Vol. 12, No. 1, Hal : 39-50. ISSN 1411-3481.
- Tangahu, Bieby V. *et al.* 2011. A Review on Heavy Metals (As, Pb, an Hg) Uptake by Plants Through Phytoremediation. *International Journal of Chemical Engineering* : 1-32.
- Tsankov, L.U., Iordanova, I. LOlova, D., Uzunova, S. and Dinoeva, S. 1982. Hygienic Evaluation of The Content of Heavy Metals (Lead and Copper) in Cosmetic Product, *Problemina Khigienata*, 7:127-136.
- 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*. Diterbitkan Medan: Universitas Sumatera Utara.
- Wardahan. 2013. *Makalah Spektrofotometer Serapan Atom*. Banjarmasin: Jurusan Analisis Kesehatan Poltekkes Banjarmasin, (Online), kbjm.blogspot.co.id, diakses pada 25 Januari 2016.
- Wasitaatmadja, S.M. (1997). *Penuntun Ilmu Kosmetik Medik*. Jakarta: UI-Press.
- Widyastuti, Palupi. 2002. *Bahaya Bahan Kimia Pada Kesehatan Manusia Dan Lingkungan*. Jakarta. Buku Kedokteran EGC.
- Winanti, Tri. 2011. *Kosmetik Dekoratif*. Online, ([http://www.scribd.com/doc/54247108/ Kosmetik-Dekoratif](http://www.scribd.com/doc/54247108/Kosmetik-Dekoratif)), diakses 27 Desember 2015.

- Yebpella, G.G., Magomya A.M., Lawal U., Gauje B. and Oko O.J. Assesment of Trace Metals In Imported Cosmetics Marketed in Nigeria. *Journal of Natural Sciences Research*.ISSN 2224-3-186 Vol.4(14):11-14.
- Zora, Yaraline. 2015. *Bahaya Produk Kecantikan*, (Online), gladis.beritagar.id, diakses pada 02 Februari 2016.

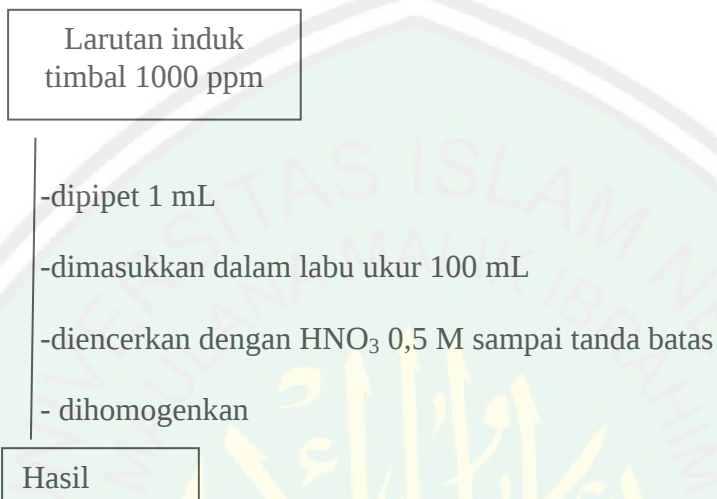


LAMPIRAN

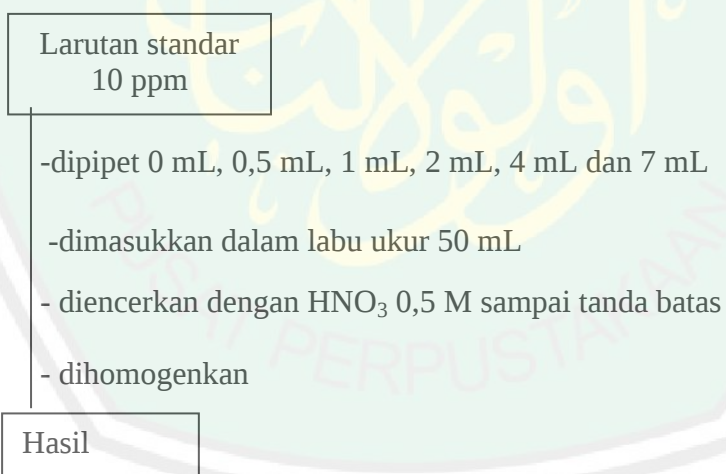
Lampiran 1. Diagram Alir

1. Pembuatan Larutan Standar Timbal

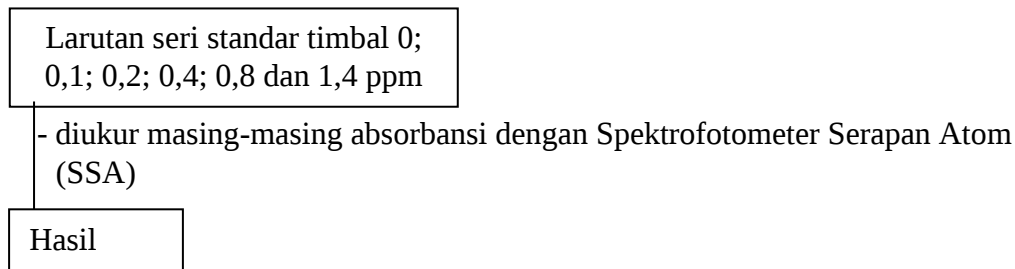
a. Pembuatan Larutan Standar Timbal 10 ppm



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



2. Pembuatan Kurva Baku Timbal



3. Preparasi Sampel

Eyeshadow

- diambil masing-masing sampel sebanyak 0,5 gr
- dihaluskan dengan mortar
- dipindah dalam beaker glass
- dicampur
- diambil 0,5 gr dari campuran sampel
- dilakukan destruksi basah dengan zat pengoksidasi

Hasil

4. Penentuan Zat Pengoksidasi Terbaik Kadar Timbal menggunakan Destruksi Basah

a. Destruksi Basah Terbuka

Sampel

- ditimbang 0,5 gr sampel campuran
- dimasukkan dalam beaker glass 50 mL
- ditambahkan zat pengoksidasi
- dipanaskan diatas *hotplate* pada suhu 100° C sampai larutan berwarna jernih dan volume berkurang dari volume sebelumnya
- didinginkan pada suhu ruang
- disaring dengan kertas saring *Whatman* No.42
- diencerkan dengan HNO₃ 0,5 M dalam labu ukur 20 mL
- diukur absorbansinya pada panjang gelombang 217 nm
- dilakukan 3 kali pengulangan

Hasil

b. Destruksi Basah Tertutup**Sampel**

- ditimbang 0,5 gr sampel campuran
- dimasukkan dalam labu alas bulat
- ditambahkan zat pengoksidasi
- dipanaskan dengan refluks pada suhu 100° C sampai larutan berwarna jernih
- didinginkan pada suhu ruang
- disaring dengan kertas saring *Whatman* No.42
- diencerkan dengan HNO₃ 0,5 M dalam labu ukur 50 mL
- diukur absorbansinya pada panjang gelombang 217 nm
- dilakukan 3 kali pengulangan

Hasil

5. Analisis Kadar Timbal pada Variasi Sampel dengan Metode Destruksi yang Terbaik

Sampel

- ditimbang 0,5 gr dari masing-masing sampel
- ditambah dengan 30 mL larutan zat pengoksidasi terbaik
- dipanaskan pada suhu 100°C sampai berwarna jernih
- didinginkan pada suhu ruang
- disaring menggunakan kertas *Whatman* No.42
- diencerkan dengan HNO₃ 0,5 M
- dianalisis menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom pada panjang gelombang 217 nm
- dilakukan 3 kali pengulangan

Hasil

Lampiran 2: Perhitungan

1. Pengenceran larutan HNO_3 0,5 M dari larutan HNO_3 65%

$$M = \frac{\rho \times 10 \times \%}{M_r}$$

$$= \frac{2,5 \text{ g/cm}^3 \times 10 \times 65\%}{63 \text{ g/mol}}$$

$$= 25,79 \text{ M}$$

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

$$V_1 \times 25,79 \text{ M} = 1000 \text{ mL} \times 0,5 \text{ M}$$

$$V_1 = 19,38 \text{ mL}$$

2. Pembuatan kurva standar timbal

- a. Pembuatan larutan induk 1000 ppm menjadi 10 ppm dalam 100 mL larutan HNO_3 0,5 M

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

$$= V_1 \times 1000 \text{ mg/L} = 100 \text{ mL} \times 10 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{100 \text{ mL} \times 10 \text{ mg/L}}{1000 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

Sehingga larutan 10 ppm dibuat dengan cara dipipet 1 mL larutan induk 1000 ppm kemudian dilarutkan dalam larutan HNO_3 0,5 M.

- b. Pembuatan larutan standar 0 ppm larutan HNO_3 0,5 M

Dipipet 0 mL larutan HNO_3 0,5 M dalam labu ukur 50 mL.

- c. Pengenceran larutan standar 0,1 ppm dari 10 ppm menjadi 50 mL larutan HNO₃ 0,5 M

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

$$V_1 \times 10 \text{ mg/L} = 50 \text{ mL} \times 0,1 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 0,1 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 0,5 \text{ mL}$$

- d. Pengenceran larutan standar 0,2 ppm dari 10 ppm menjadi 50 mL larutan HNO₃ 0,5 M

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

$$V_1 \times 10 \text{ mg/L} = 50 \text{ mL} \times 0,2 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 0,2 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

- e. Pengenceran larutan standar 0,4 ppm dari 10 ppm menjadi 50 mL larutan HNO₃ 0,5 M

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

$$V_1 \times 10 \text{ mg/L} = 50 \text{ mL} \times 0,4 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 0,4 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 2 \text{ mL}$$

- f. Pengenceran larutan standa 0,8 ppm dari 10 ppm menjadi 50 mL larutan HNO_3 0,5 M

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

$$V_1 \times 10 \text{ mg/L} = 50 \text{ mL} \times 0,5 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 0,5 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 4 \text{ mL}$$

- g. Pengenceran larutan standar 1,4 ppm dari 10 ppm menjadi 50 mL larutan HNO_3 0,5 M

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

$$V_1 \times 10 \text{ mg/L} = 50 \text{ mL} \times 1,4 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 1,4 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 7 \text{ mL}$$

Lampiran 3: Analisis Statistik

Between-Subjects Factors

		Value Label	N
ulangan	1	ulangan 1	10
	2	ulangan 2	10
	3	ulangan 3	10
perlakuan	1	terbuka	15
	2	tertutup	15

Descriptive Statistics

Dependent Variable:kadar

ulangan	perlakuan	Mean	Std. Deviation	N
ulangan 1	terbuka	24.8800	3.14223	5
	tertutup	58.8800	22.54422	5
	Total	41.8800	23.48158	10
ulangan 2	terbuka	26.1920	4.33344	5
	tertutup	63.9600	19.22025	5
	Total	45.0760	23.84869	10
ulangan 3	terbuka	25.7360	4.53754	5
	tertutup	62.1600	18.93048	5
	Total	43.9480	23.17225	10
Total	terbuka	25.6027	3.79288	15
	tertutup	61.6667	18.91793	15
	Total	43.6347	22.71748	30

Tests of Between-Subjects Effects

Dependent Variable:kadar

Source	Type III Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.	Partial Eta Squared
Corrected Model	9825.369 ^a	5	1965.074	9.174	.000	.656
Intercept	57119.524	1	57119.524	266.651	.000	.917
ulangan	52.545	2	26.272	.123	.885	.010
perlakuan	9754.591	1	9754.591	45.537	.000	.655
ulangan * perlakuan	18.233	2	9.117	.043	.958	.004
Error	5141.058	24	214.211			
Total	72085.951	30				
Corrected Total	14966.427	29				

a. R Squared = ,656 (Adjusted R Squared = ,585)

Multiple Comparisons

Dependent Variable:kadar

(I) ulangan	(J) ulangan	Mean	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval
-------------	-------------	------	------------	------	-------------------------

			Difference (I-J)			Lower Bound	Upper Bound
Tukey HSD	ulangan 1	ulangan 2	-3.1960	6.54539	.878	-19.5417	13.1497
		ulangan 3	-2.0680	6.54539	.947	-18.4137	14.2777
	ulangan 2	ulangan 1	3.1960	6.54539	.878	-13.1497	19.5417
		ulangan 3	1.1280	6.54539	.984	-15.2177	17.4737
	ulangan 3	ulangan 1	2.0680	6.54539	.947	-14.2777	18.4137
		ulangan 2	-1.1280	6.54539	.984	-17.4737	15.2177
LSD	ulangan 1	ulangan 2	-3.1960	6.54539	.630	-16.7050	10.3130
		ulangan 3	-2.0680	6.54539	.755	-15.5770	11.4410
	ulangan 2	ulangan 1	3.1960	6.54539	.630	-10.3130	16.7050
		ulangan 3	1.1280	6.54539	.865	-12.3810	14.6370
	ulangan 3	ulangan 1	2.0680	6.54539	.755	-11.4410	15.5770
		ulangan 2	-1.1280	6.54539	.865	-14.6370	12.3810

Based on observed means.

The error term is Mean Square(Error) = 214,211.

1. Penentuan Larutan Pengoksidasi Terbaik Destruksi Terbuka

a. Kadar yang Terbaca pada Instrumen

No.	Variasi Komposisi Larutan Pengoksidasi	Pengulangan (ppm)		
		1	2	3
1.	HNO ₃ 30 mL	0,681	0,612	0,747
2.	HNO ₃ : HClO ₄ (2:1)	0,691	0,782	0,723
3.	HNO ₃ : HClO ₄ (3:1)	0,634	0,723	0,544
4.	HNO ₃ : HClO ₄ (4:1)	0,609	0,658	0,704

5.	HNO ₃ : HClO ₄ (5:1)	0,495	0,499	0,499
----	--	-------	-------	-------

b. Kadar Sebenarnya

No.	Variasi Komposisi Larutan Pengoksidasi	Pengulangan (ppm)			Rata-rata (ppm)
		1	2	3	
1.	HNO ₃ 30 mL	27,24	24,48	29,88	27,2
2.	HNO ₃ : HClO ₄ (2:1)	27,64	31,28	28,92	29,28
3.	HNO ₃ : HClO ₄ (3:1)	25,36	28,92	21,76	25,34
4.	HNO ₃ : HClO ₄ (4:1)	24,36	26,32	28,16	26,28
5.	HNO ₃ : HClO ₄ (5:1)	19,8	19,96	19,96	19,90

Kadar timbal sebenarnya (C) = $\frac{\text{kadar pada instrumen} \times \text{faktor pengenceran}}{\text{Massa}}$

Massa

1. Larutan Pengoksidasi HNO₃ 30 mL

$$\text{a. } C = \frac{0,681 \text{ mg/L} \times 20 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}}$$

$$= \frac{0,681 \text{ mg/L} \times 0,02 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}}$$

$$= 27,24 \text{ mg/kg}$$

$$= 27,24 \text{ mg/kg}$$

$$= 27,24 \text{ mg/kg}$$

$$\text{b. } C = \frac{0,681 \text{ mg/L} \times 20 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}}$$

$$= \frac{0,612 \text{ mg/L} \times 0,02 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}}$$

$$= 24,48 \text{ mg/kg}$$

$$= 24,48 \text{ mg/kg}$$

$$= 24,48 \text{ mg/kg}$$

$$\begin{aligned}
 \text{c. } C &= \frac{0,747 \text{ mg/L} \times 20 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}} \\
 &= \frac{0,747 \text{ mg/L} \times 0,02 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}} \\
 &= 29,88 \text{ mg/kg}
 \end{aligned}$$

2. Larutan Pengoksidasi HNO_3 : HClO_4 (2:1)

$$\begin{aligned}
 \text{a. } C &= \frac{0,691 \text{ mg/L} \times 20 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}} \\
 &= \frac{0,691 \text{ mg/L} \times 0,02 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}} \\
 &= 27,64 \text{ mg/kg}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{b. } C &= \frac{0,782 \text{ mg/L} \times 20 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}} \\
 &= \frac{0,782 \text{ mg/L} \times 0,02 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}} \\
 &= 31,28 \text{ mg/kg}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{c. } C &= \frac{0,723 \text{ mg/L} \times 20 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}} \\
 &= \frac{0,723 \text{ mg/L} \times 0,02 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}} \\
 &= 28,92 \text{ mg/kg}
 \end{aligned}$$

3. Larutan Pengoksidasi HNO_3 : HClO_4 (3:1)

$$\begin{aligned}
 \text{a. } C &= \frac{0,634 \text{ mg/L} \times 20 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}} \\
 &= \frac{0,634 \text{ mg/L} \times 0,02 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}} \\
 &= 25,36 \text{ mg/kg}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{b. } C &= \frac{0,723 \text{ mg/L} \times 20 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}} \\
 &= \frac{0,723 \text{ mg/L} \times 0,02 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}} \\
 &= 28,92 \text{ mg/kg}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{c. } C &= \frac{0,544 \text{ mg/L} \times 20 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}} \\
 &= \frac{0,544 \text{ mg/L} \times 0,02 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}} \\
 &= 21,76 \text{ mg/kg}
 \end{aligned}$$

4. Larutan Pengoksidasi HNO_3 : HClO_4 (4:1)

$$\begin{aligned}
 \text{a. } C &= \frac{0,609 \text{ mg/L} \times 20 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}} \\
 &= \frac{0,609 \text{ mg/L} \times 0,02 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}} \\
 &= 24,36 \text{ mg/kg}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{b. } C &= \frac{0,658 \text{ mg/L} \times 20 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}}
 \end{aligned}$$

$$= \frac{0,658 \text{ mg/L} \times 0,02 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}}$$

$$= 26,32 \text{ mg/kg}$$

$$\text{c. } C = \frac{0,704 \text{ mg/L} \times 20 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}}$$

$$= \frac{0,704 \text{ mg/L} \times 0,02 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}}$$

$$= 28,16 \text{ mg/kg}$$

5. Larutan Pengoksidasi $\text{HNO}_3 : \text{HClO}_4$ (5:1)

$$\text{a. } C = \frac{0,495 \text{ mg/L} \times 20 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}}$$

$$= \frac{0,495 \text{ mg/L} \times 0,02 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}}$$

$$= 19,8 \text{ mg/kg}$$

$$\text{b. } C = \frac{0,499 \text{ mg/L} \times 20 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}}$$

$$= \frac{0,499 \text{ mg/L} \times 0,02 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}}$$

$$= 19,96 \text{ mg/kg}$$

$$\text{c. } C = \frac{0,499 \text{ mg/L} \times 20 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}}$$

$$= \frac{0,499 \text{ mg/L} \times 0,02 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}}$$

$$= 19,96 \text{ mg/kg}$$

$$= 19,96 \text{ mg/kg}$$

2. Penentuan Larutan Pengoksidasi Terbaik Destruksi Tertutup

a. Kadar yang Terbaca pada Instrumen

No.	Variasi Komposisi Larutan Pengoksidasi	Pengulangan (ppm)		
		1	2	3
1.	HNO ₃ 30 mL	0,368	0,397	0,433
2.	HNO ₃ : HClO ₄ (2:1)	0,839	0,881	0,869
3.	HNO ₃ : HClO ₄ (3:1)	0,723	0,758	0,688
4.	HNO ₃ : HClO ₄ (4:1)	0,681	0,765	0,690
5.	HNO ₃ : HClO ₄ (5:1)	0,333	0,467	0,428

b. Kadar Sebenarnya

No.	Variasi Komposisi Larutan Pengoksidasi	Pengulangan (ppm)			Rata-rata (ppm)
		1	2	3	
1.	HNO ₃ 30 mL	36,8	39,7	43,3	39,93
2.	HNO ₃ : HClO ₄ (2:1)	83,9	81,1	86,9	83,96
3.	HNO ₃ : HClO ₄ (3:1)	72,3	75,8	68,8	72,3
4.	HNO ₃ : HClO ₄ (4:1)	68,1	76,5	69	71,2
5.	HNO ₃ : HClO ₄ (5:1)	33,3	46,7	42,8	40,93

Kadar timbal sebenarnya (C) = $\frac{\text{kadar pada instrumen} \times \text{faktor pengenceran}}{\text{Massa}}$

Massa

1. Larutan Pengoksidasi HNO₃ 30 mL

a. $C = \frac{0,368 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}}$

$$0,5 \text{ gr}$$

$$= \frac{0,368 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}}$$

$$= 36,8 \text{ mg/kg}$$

$$\text{b. } C = \frac{0,397 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}}$$

$$= \frac{0,397 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}}$$

$$= 39,7 \text{ mg/kg}$$

$$\text{c. } C = \frac{0,433 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}}$$

$$= \frac{0,433 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}}$$

$$= 43,3 \text{ mg/kg}$$

2. Larutan Pengoksidasi HNO_3 : HClO_4 (2:1)

$$\text{a. } C = \frac{0,839 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}}$$

$$= \frac{0,839 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}}$$

$$= 83,9 \text{ mg/kg}$$

$$= 83,9 \text{ mg/kg}$$

$$\text{b. } C = \frac{0,881 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}}$$

$$= \frac{0,881 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}}$$

$$= 88,1 \text{ mg/kg}$$

$$= 88,1 \text{ mg/kg}$$

$$\text{c. } C = \frac{0,869 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}}$$

$$= 86,9 \text{ mg/kg}$$

$$= \frac{0,869 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}}$$

$$= 86,9 \text{ mg/kg}$$

3. Larutan Pengoksidasi $\text{HNO}_3 : \text{HClO}_4$ (3:1)

a. $C = \frac{0,723 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}}$

$$= \frac{0,723 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}}$$

$$= 72,3 \text{ mg/kg}$$

$$= 72,3 \text{ mg/kg}$$

b. $C = \frac{0,758 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}}$

$$= \frac{0,758 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}}$$

$$= 75,8 \text{ mg/kg}$$

$$= 75,8 \text{ mg/kg}$$

c. $C = \frac{0,688 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}}$

$$= \frac{0,688 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}}$$

$$= 68,8 \text{ mg/kg}$$

$$= 68,8 \text{ mg/kg}$$

4. Larutan Pengoksidasi $\text{HNO}_3 : \text{HClO}_4$ (4:1)

a. $C = \frac{0,681 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}}$

$$= \frac{0,681 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}}$$

$$= 68,1 \text{ mg/kg}$$

$$= 68,1 \text{ mg/kg}$$

$$= 68,1 \text{ mg/kg}$$

$$\text{b. } C = \frac{0,765 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}}$$

$$= \frac{0,765 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}}$$

$$= 76,5 \text{ mg/kg}$$

$$\text{c. } C = \frac{0,690 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}}$$

$$= \frac{0,690 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}}$$

$$= 69 \text{ mg/kg}$$

5. Larutan Pengoksidasi HNO_3 : HClO_4 (4:1)

$$\text{a. } C = \frac{0,333 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}}$$

$$= \frac{0,333 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}}$$

$$= 33,3 \text{ mg/kg}$$

$$\text{b. } C = \frac{0,467 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}}$$

$$= \frac{0,467 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}}$$

$$= 46,7 \text{ mg/kg}$$

$$\begin{aligned}
 \text{c. } C &= \frac{0,428 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}} \\
 &= \frac{0,428 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}} \\
 &= 42,8 \text{ mg/kg}
 \end{aligned}$$

3. Analisis Kadar Timbal Pada *Eyeshadow* Menggunakan Zat Pengoksidasi dan Metode Destruksi Basah Terbaik

a. Kadar yang Terbaca pada Instrumen

No.	Variasi Komposisi Larutan Pengoksidasi	Pengulangan (ppm)		
		1	2	3
1.	Hitam nonBPOM	0,237	0,262	0,271
2.	Hitam BPOM	0,344	0,336	0,347
3.	Hijau nonBPOM	0,447	0,458	0,454
4.	Hijau BPOM	0,453	0,479	0,445

b. Kadar Sebenarnya

No.	Variasi Komposisi Larutan Pengoksidasi	Pengulangan (ppm)			Rata-rata (ppm)
		1	2	3	
1.	Hitam nonBPOM	23,7	26,2	27,1	25,66
2.	Hitam BPOM	34,4	33,6	34,7	34,23
3.	Hijau nonBPOM	44,7	45,8	45,4	45,3
4.	Hijau BPOM	45,3	47,9	44,5	45,9

Kadar timbal sebenarnya (C) = kadar pada instrumen x faktor pengenceran

Massa

1. Sampel *Eyeshadow* Hitam nonBPOM

$$a. C = \frac{0,237 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}}$$

$$= \frac{0,237 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}}$$

$$= 23,7 \text{ mg/kg}$$

$$b. C = \frac{0,262 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}}$$

$$= \frac{0,262 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}}$$

$$= 26,2 \text{ mg/kg}$$

$$c. C = \frac{0,271 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}}$$

$$= \frac{0,271 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}}$$

$$= 27,1 \text{ mg/kg}$$

2. Sampel *Eyeshadow* Hitam BPOM

$$a. C = \frac{0,344 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}}$$

$$= \frac{0,344 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}}$$

$$= 34,4 \text{ mg/kg}$$

$$\begin{aligned}
 \text{b. } C &= \frac{0,336 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}} \\
 &= \frac{0,336 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}} \\
 &= 33,6 \text{ mg/kg}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{c. } C &= \frac{0,347 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}} \\
 &= \frac{0,347 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}} \\
 &= 34,7 \text{ mg/kg}
 \end{aligned}$$

3. Sampel *Eyeshadow* Hijau nonBPOM

$$\begin{aligned}
 \text{a. } C &= \frac{0,447 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}} \\
 &= \frac{0,447 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}} \\
 &= 44,7 \text{ mg/kg}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{b. } C &= \frac{0,458 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}} \\
 &= \frac{0,458 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}} \\
 &= 45,8 \text{ mg/kg}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{c. } C &= \frac{0,454 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}} \\
 &= \frac{0,454 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}} \\
 &= 45,4 \text{ mg/kg}
 \end{aligned}$$

4. Sampel *Eyeshadow* Hijau BPOM

$$\begin{aligned}
 \text{a. } C &= \frac{0,453 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}} \\
 &= \frac{0,453 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}} \\
 &= 45,3 \text{ mg/kg}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{b. } C &= \frac{0,479 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}} \\
 &= \frac{0,479 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}} \\
 &= 47,9 \text{ mg/kg}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{c. } C &= \frac{0,445 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{0,5 \text{ gr}} \\
 &= \frac{0,445 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,0005 \text{ kg}} \\
 &= 44,5 \text{ mg/kg}
 \end{aligned}$$

Lampiran 4: Daftar kosmetik berbahaya

Tabel 2.1. Daftar kosmetik berbahaya

No.	Merek	Jenis Kosmetik
1.	Baolishi No. 15 (<i>gold case</i>)	Lipstik
2.	Baolishi No. 15 (<i>yellow case</i>)	Lipstik
3.	Baolishi No. 20 (<i>gold case</i>)	Lipstik
4.	Baolishi No. 20 (<i>green case</i>)	Lipstik
5.	Baolishi No. 20 (<i>red case</i>)	Lipstik
6.	Baolishi No. 20 (<i>yellow case</i>)	Lipstik
7.	Baolishi No. 25	Lipstik
8.	Baolishi No. 33	Lipstik
9.	Kiss Beauty No. 7	Lipstik
10.	Kiss Beauty No. 8 (<i>pink case</i>)	Lipstik
11.	Kiss Beauty	Lipstik
12.	Monaliza No. 20 (<i>gold case</i>)	Lipstik
13.	Monaliza No. 20 (<i>with cartoon cashing</i>)	Lipstik
14.	Monaliza Series Lipstick No. 20 (<i>gold case</i>)	Lipstik
15.	Monaliza Series Lipstick No. 20 (<i>pink case</i>)	Lipstik
16.	Monaliza Series Lipstick No. 5	Lipstik
17.	Han's Skin Care Trial Flawess Night Cream	Krim malam
18.	Han's Skin Care Flawess Night Cream	Krim malam
19.	Platinum	Krim malam
20.	Meili	<i>Freckle Cream</i>
21.	Cosmedic Cream 4 Pagi Sore	Krim
22.	Sari Daily Cream for Oily Skin---NA 18120100071	Krim siang
23.	Sari Night Cream for Oily Skin---NA 18120100290	Krim malam
24.	Sari SabunMuka Lime---NA 18121201137	Facial Foam
25.	Sari Daily Cream for Normal Skin---NA 18120100072	Krim siang
26.	Sari Night Cream for Normal Skin---NA 18120100291	Krim malam
27.	Sari SabunMuka Papaya-Honey---NA 18121201627	Facial Foam
28.	Chanleevi No. 04	
29.	Kiss Beauty No. 08	
30.	Ladymate No. 02---NA 18111302790	Lipstik
31.	Ladymate No. 03---NA 18111302791	Lipstik
32.	Ladymate No. 04---NA 18111302792	Lipstik
33.	Ladymate No. 06---NA 18111302794	Lipstik

34.	Ladymate No. 07---NA 18111302890	Lipstik
35.	Ladymate No. 08---NA 18111302891	Lipstik
36.	Ladymate No. 09---NA 18111302892	Lipstik
37.	Ladymate No. 10---NA 18111302893	Lipstik
38.	Ladymate No. 11---NA 18111302894	Lipstik
39.	Ladymate No. 12---NA 18111302895	Lipstik
40.	Ladymate No. 02---NA 18121301026	Lipstik
41.	Ladymate No. 03---NA 18121301027	Lipstik
42.	Ladymate No. 06---NA 18121301030	Lipstik
43.	ImploraLipstik 01---NA 18111301506	Lipstik
44.	Implora Fashionable Cosmetic Complete Make Up Tas---NA 18121300374	Lipstik
45.	Implora Fashionable Cosmetic Complete Make Up Tas---NA 1812100589	eyeshadow
46.	Implora Fashionable Cosmetic 707---NA 18121200817	eyeshadow
47.	Implora Fashionable Cosmetic 707 02--NA 18121200817	eyeshadow
48.	Implora Fashionable Cosmetic 707---NA 18121200816	Blush on
49.	ImploraLipstik 03---NA 18111301508	Lipstik
50.	Han's Skin CareTrial Treatment	Toner
51.	Han's Skin Care Treatment	Toner
52.	Stefani	Krim malam
53.	Citra Jelita Night Cream---CA 18090104453	Krim malam
54.	SulamitMiracolous White Day Cream Passion Series---NA 18120101271	Krim siang
55.	Han's Skin Care Trial Flawess Day Cream	Krim siang
56.	Han's Skin Care Flawess Day Cream	Krim siang
57/	QB White Night Cream---CA 18090105483	Krim malam
58.	Cosmedic Formula Bru Cream No. 8	Krim wajah
59.	Dr. Bl Skin Care	Cairan peremajaan plus
60.	Herbal Health Ru Special Cream	Krim wajah
61.	Herbal Health Ji Special Cream	Krim wajah
62.	Herbal Health Cream Yi Special Cream	Krim wajah
63.	Herbal Health Xiang Cream	Krim wajah
64.	Protect & Serve 2 Oz	sunblock
65.	Alibaine Rejuvenating Intensive Serum--CA 47090102548	Serum
66.	Bio-K sulf	Anti Acne Cream
67.	Miss Beauty No. 07	Lipstik
68.	MonalizaLipstik No. 20 (carbon casing)	Lipstik

LAMPIRAN 5 : Dokumentasi



Sampel eyeshadow



Penambahan zat pengoksidasi



Destruksi tertutup



Penyaringan



Sampel yang akan dianalisis dengan SSA