ANALISIS KADAR LOGAM TIMBAL (Pb) PADA CAT RAMBUT DENGAN VARIASI ZAT PENGOKSIDASI MENGGUNAKAN DESTRUKSI BASAH SECARA SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA)

SKRIPSI

Oleh:
DEVI NURMALASARI
NIM. 12630021

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

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

ANALISIS KADAR LOGAM TIMBAL (Pb) PADA CAT RAMBUT DENGAN VARIASI ZAT PENGOKSIDASI MENGGUNAKAN DESTRUKSI BASAH SECARA SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA)

SKRIPSI

Oleh
DEVI NURMALASARI
NIM. 12630021

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji :
Tanggal, 8 September 2016

Pembimbing I	Pembimbing II
Diana Candra Dewi, M.Si	A. Ghanaim Fasya, M.Si
NIP. 19770720 200312 2 001	NIP. 19820616 200604 1 002

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia

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

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

ANALISIS KADAR LOGAM TIMBAL (Pb) PADA CAT RAMBUT DENGAN VARIASI ZAT PENGOKSIDASI MENGGUNAKAN DESTRUKSI BASAH SECARA SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA)

SKRIPSI

Oleh
DEVI NURMALASARI
NIM. 12630021

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 8 September 2016

Penguji Utama	: Elok Kamilah Hayati, M.Si NIP. 19790620 200604 2 002	(.....)
Ketua Penguji	: Rif'atul Mahmudah, M.Si NIPT. 19830125 20160801 2 068	(.....)
Sekretaris Penguji	: Diana Candra Dewi, M.Si NIP. 19770720 200312 2 001	(.....)
Anggota Penguji	: A. Ghanaim Fasya, M.Si NIP. 19820616 200604 1 002	(.....)

Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia

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

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama	: Devi Nurmalasari
NIM	: 12630021
Jurusan	: Kimia
Fakultas	: Sains dan Teknologi
Judul Penelitian	: Analisis Kadar Logam Timbal (Pb) Pada Cat Rambut dengan Variasi Zat Pengoksidasi Menggunakan Destruksi Basah Secara 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 dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 8 September 2016
mbuat pernyataan,

METERAI TEMPEL
31613ADF823684001
6000
ENAM RIBU RUPIAH

Devi Nurmalasari
NIM. 12630021

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

KATA PENGANTAR

بسم الله الرحمان الرحيم

Alhamdulillah segala kesyukuran penulis panjatkan kepada Allah SWT yang telah memberikan nikmat yang tak terukur pada kehidupan ini, dan limpahan rahmat, taufik, dan hidayah-Nya, penulis dapat menyelesaikan Proposal Penelitian yang berjudul ”Analisis Kadar Logam Timbal (Pb) Pada Cat Rambut dengan Variasi Zat Pengoksidasi Menggunakan Destruksi Basah Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)” ini dengan baik.

Shalawat serta salam semoga selalu tercurahkan kepada kekasih Allah, Sang Tauladan sepanjang masa yaitu Rasulullah SAW, karena atas perjuangan Beliau kita dapat merasakan kehidupan yang bermartabat dengan kemajuan ilmu pengetahuan yang didasarkan atas iman dan islam.

Dengan penuh ketulusan hati, penulis menyampaikan ucapan terimakasih yang sebesar-besarnya dan teriring do’a kepada semua pihak yang telah membantu demi kelancaran penulisan proposal ini. Secara khusus penulis sampaikan kepada yang terhormat:

1. Bapak Prof. Dr. H. Mudjia Rahardjo, M.Si, selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Dr. Bayyinatul Muchtaromah, drh. M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

4. Diana Candra Dewi, M.Si selaku dosen pembimbing proposal penilitian yang telah banyak meluangkan waktu untuk membimbing, memotivasi, mengarahkan dan memberi masukan dalam penulisan proposal penelitian ini.
5. Rif'atul Mahmudah, M.Si selaku dosen konsultan dalam penulisan proposal penelitian ini.
6. Seluruh Dosen Jurusan Kimia Fakultas Sains danTeknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengalirkan ilmu, pengetahuan, pengalaman, wacana dan wawasannya, sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.
7. Bapak dan Ibu tercinta sebagai orang tua serta saudara-saudara yang selalu memberi motivasi kepada penulis.
8. 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 proposal penelitian ini.
9. Kepada semua pihak yang secara langsung maupun tidak langsung telah ikut memberikan bantuan dan motivasi selama penulisan proposal penelitian ini sampai dengan proposal ini selesai disusun, yang tidak bisa penulis sebutkan satu per satu.

Dengan memohon ridha Allah SWT, serta untaian kata terindah patut kami ucapkan rasa syukur pada Pemberi Kehidupan. Tiada manusia yang sempurna, begitu juga dengan karya tulis ini, tentu masih banyak kekurangan. Oleh karena itu, kritik dan saran yang membangun sangat penulis harapkan demi kesempurnaan Proposal Penelitian ini.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Akhirnya, penulis berharap semoga Proposal Penelitian ini dapat bermanfaat bagi siapapun yang membacanya. *Amin Ya Rabbal 'Alamin*.

Wassalamu'alaikum Wr. Wb.

Malang, September 2016

Penulis

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL i
LEMBAR PERSETUJUAN ii
LEMBAR PENGESAHAN iii
LEMBAR PERNYATAAN ORISINALITAS iv
HALAMAN PERSEMBAHAN v
KATA PENGANTAR vi
DAFTAR ISI ix
DAFTAR GAMBAR xi
DAFTAR TABEL xii
DAFTAR LAMPIRAN xiii
ABSTRAK xiv
BAB I PENDAHULUAN 1
1.1 Latar Belakang 1
1.2 Rumusan Masalah 6
1.3 Tujuan Penelitian 6
1.4 Batasan Masalah 7
1.5 Manfaat Penelitian 7

BAB II TINJAUAN PUSTAKA 8
2.1 Cat Rambut 8
2.2 Logam Berat Timbal 9
2.3 Destruksi 10
2.3.1 Destruksi Kering 10
2.3.2 Destruksi Basah 11
2.4 Analisa Kadar Logam Timbal dengan Menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) 13
2.5 Analisis Data Menggunakan *Two Way ANOVA* 18
2.6 Berhias dalam Perspektif Islam 19

BAB III METODE PENELITIAN 21
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian 21
3.2 Alat dan Bahan 21
3.2.1 Alat 21
3.2.2 Bahan 21
3.3 Rancangan Penelitian 21
3.4 Tahapan Penelitian 23
3.5 Cara Kerja 23
3.5.1 Pemilihan Sampel 23
3.5.2 Pembuatan Kurva Baku Standar Pb 23
3.5.3 Analisis Logam Timbal dalam Sampel Cat Rambut dengan Menggunakan Destruksi Basah Secara Terbuka dan Tertutup 24
3.5.3.1 Destruksi Basah Secara Terbuka 24
3.5.3.2 Destruksi Basah Secara Tertutup 24
3.5.4 Analisis Logam Timbal Dalam Sampel Cat Rambut Pada Masing-Masing Merek 25

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3.6 Analisis Data 26

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN 28
4.1 Pemilihan Sampel 28
4.2 Pembuatan Kurva Standar Pb..... 29
4.3 Penentuan Metode Destruksi dan Zat Pengoksidasi Terbaik Analisa Logam Timbal dalam Sampel Cat Rambut..... 32
4.4 Analisa Logam Timbal dalam Sampel Cat Rambut Pada Masing-Masing Merek 41
4.5 Kajian Tentang Berhias Menggunakan Cat Rambut dalam Perspektif Islam..... 43

BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN 47
5.1 Kesimpulan 47
5.2 Saran..... 47

DAFTAR PUSTAKA 49
LAMPIRAN 52

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR GAMBAR

2.1 Komponen Spektroskopi Serapan Atom 15
4.1 Grafik Kurva Kalibrasi Logam Timbal (Pb) 31
4.2 Diagram Perbandingan Perolehan Konsentrasi Pb dalam Larutan Hasil Destruksi Berdasarkan Variasi Metode Destruksi dan Zat Pengoksidasi 39
4.3 Hasil Konsentrasi Logam Timbal (Pb) pada Masing-Masing Sampel Cat Rambut 42

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR TABEL

2.1 Kondisi SSA Untuk Analisis Logam Pb 17
3.1 Variasi Sampel, Destruksi, dan Zat Pendestruksi 25
3.2 Variasi Sampel dan Pengulangan..... 26
3.3 Variasi Metode, Pendestruksi, Zat Oksidasi, dan Pengulangan..... 27
4.1 Hasil Uji *Two Way Annova* Pengaruh Metode Destruksi dan Zat Pengoksidasi Terhadap Kadar Logam Timbal (Pb) pada Cat Rambut 36

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1: Rancangan Penelitian 50
Lampiran 2: Diagram Alir..... 51
Lampiran 3: Perhitungan..... 55
Lampiran 4: Hasil Analisa Spektroskopi Serapan Atom 64
Lampiran 5: Hasil Statistik Uji *Two Way ANNOVA*..... 66
Lampiran 6: Dokumentasi..... 71

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

ABSTRAK

Nurmalasari, Devi. 2016. **Analisis Kadar Logam Timbal (Pb) Pada Cat Rambut Dengan Variasi Zat Pengoksidasi Menggunakan Destruksi Basah Secara 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 II: A. Ghanaim Fasya, M. Si; Konsultan: Rif'atul Mahmudah, M.Si.

Kata Kunci: Cat rambut, Destruksi, Pb, Spektroskopi Serapan Atom

Cat rambut merupakan salah satu kosmetik yang berfungsi untuk mewarnai rambut baik menutupi rambut yang beruban maupun mengganti warna rambut. Logam berat timbal (Pb) diindikasikan terkandung dalam kosmetik jenis cat rambut. Logam berat Pb dapat merusak kesehatan tubuh jika terakumulasi terus menerus, sehingga perlu diketahui kadarnya dalam cat rambut. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan destruksi basah dan zat pengoksidasi yang terbaik analisis logam timbal dan untuk mengetahui kadar logam timbal pada cat rambut menggunakan SSA.

Penelitian ini meliputi preparasi sampel dengan dilakukan dua variasi destruksi, yaitu destruksi basah secara terbuka (*hotplate*) dan tertutup (*refluks*) menggunakan variasi zat pengoksidasi HNO_3, HNO_3+$HClO_4$ (3:1), HNO_3+$HClO_4$ (4:1), HNO_3+$HClO_4$ (7,5:1). Variasi dilakukan untuk menentukan metode destruksi dan zat pengoksidasi terbaik. Empat jenis sampel cat rambut warna hitam dicampurkan dan didestruksi dengan 4 variasai zat pengoksidasi untuk menentukan zat pengoksidasi terbaik. Masing-masing sampel didestruksi dengan zat pengoksidasi terbaik dan diencerkan dengan HNO_3 0,5 M. Hasil destruksi diukur kadar logam Pb nya menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA).

Variasi destruksi terbaik adalah destruksi basah secara tertutup dengan zat pengoksidasi terbaik adalah HNO_3 : $HClO_4$ (3:1) dengan konsentrasi rata-rata 27,18 mg/L. Hasil uji *two way Annova* menunjukkan adanya pengaruh signifikan dari metode destruksi dan zat pengoksidasi. Konsentrasi logam timbal (Pb) pada sampel cat rambut merek S, M, B, dan H secara berturut-turut adalah 10,58 mg/L; 22,01 mg/L; 19,5 mg/L; dan 14,56 mg/L.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

ABSTRACT

Nurmalasari, Devi. 2016. **Analysis Metal Content of Lead (Pb) In Hair Dye With Variation Oxidizing Agent Using Wet Destruction In Atomic Absorption Spectroscopy (AAS).** Essay. Chemistry Department, Faculty of Science and Technology State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Diana Candra Dewi, M. Si; Supervisor II: A. Ghanaim Fasya, M. Si; Consultant: Rif'atul Mahmudah, M. Si

---

Keywords: Hair dye, Digestion, Pb, Atomic Absorption Spectroscopy

Hair dye is one of the cosmetics that serves to cover either coloring gray hair and changing color of hair. Heavy metals lead (Pb) contained in indicated types of hair dye cosmetic. Pb heavy metal can damage health of the body if it accumulates continuously, so keep in mind the levels in hair dye. This research aims to determine the wet digestion and the best oxidizing agent analysis of metallic lead and to determine the metal content of lead in hair dye use the AAS.

In this research, include samples preparation to do two variations of digestion, wet digestion openly (*hotplate*) and closed (*refluks*) using variation oxidizing agent HNO_3, HNO_3+$HClO_4$ (3:1), HNO_3+$HClO_4$ (4:1), HNO_3+$HClO_4$ (7,5:1). Variations performed to determine the method of destruction and the best oxidizing agent. Four types of black hair dye samples mixed and destructed with four variations oxidizing agent to determine the best oxidizing agent. Each sample destructed with best oxidizing agent and diluted with HNO_3 0,5 M . The result of destruction Pb metal levels measured using Atomic Absorption Spectroscopy (AAS).

The best variations ddigestion is wet digestion closed with oxidizing agent HNO_3+$HClO_4$ (3:1) with an average concentration 27,18 mg/L. *Two way Annova* test result indicate a significant influence on destruction method and oxidizing agent. The concentration of metallic lead (Pb) on samples of hair dye brand S, M, B, and H respectively was 10,58 mg/L; 22,01 mg/L; 19,5 mg/L; 14,56 mg/L.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

الملخص

نورملاساري، دفي. ٢٠١٦. **تحليل المحتوي المعدنى ل الرصاص على القط الشعر عن طريق تدمير الرطب بمطيافية الامتصاص الذري (س س أ)**. المقال. قسم الكيمياء كلية العلوم والتكنولوجيا في جامعة الدولة الاسلامية مولانا مالك ابراهيم مالانج. المشرفة الاول: ديانا كاندرا دوي، الماجيستير؛ المشرف الثاني: غنائم فاشا، الماجيستير؛ المستشارم: رفعة المحمودة، المجيستير.

الكلمة: الصبغة شعر، تدمير، الرصاص، مطيافية الامتصاص الذري

الصبغة شعر هي من احدى المستحضرات التجميل الذي عمل به لتلوين الشعر، إما سترشعر الشيب او تغيير لون الشعر. الرصاص دل على عبارة عن المستحضرات التجميل، نوع من صبغة الشعر. كان الرصاص يفسد صحة بدن إذا كان استعماله متصلا، حتى تعرف به قدرها. فقد قصد هذه المراجعة، لحسم تخريب الرطب وباحسن ذات الصدؤ ويعرف به قدرها فى صبغة الشعر بمطيافية الامتصاص الذري.

هذه المراجعة دب فى أنموذج بميسر الضربان. الاول تخريب الرطب مغلقا ومفتحا بتدمير ذات الصدؤ حمض النيتريك، و حمض النيتريك + حمض بركلورات (١:٣)، و حمض النيتريك + حمض بركلورات (١:٤)، و حمض النيتريك + حمض بركلورات (١:٧،٥). عمل به التدمير، لحسم تخريب الرطب وبأحسن ذات الصدؤ. أربعة اضرب أنموذج الصبغة شعر اسود تخالط وتخرب بأربعة اضرب ذات الصدؤ لحسم احسن ذات الصدؤ. كل انموذج تدمير بأحسن ذات الصدؤ ويميع بحمض النيتريك ٥,٠م. نتيجة منالتخريب يكيل قدر الرصاص بمطيافية الامتصاص الذري.

من احسن تخريب التدمير هي تخريب الرطب مغلقا بأحسن ذات الصدرؤ وهي حمض النيتريك + حمض بركلورات (١:٣)، بإكتراث عاما ٢٧،١٨ مغ/ل ونتيجتها تو وي اننوفا دل على تأثير مهمة من نحو التخريب وذات الصدؤ. تركز الرصاص من انموذج صبغة شعر س، م، ب، ه، مستمرا وهي ١٠،٥٨ مغ/ل؛ ٢٢،٠١ مغ/ل؛ ١٩،٥ مغ/ل؛ ١٤،٥٦مغ/

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Berhias merupakan hal yang sering dilakukan terutama oleh kaum wanita. Hukum asal berhias adalah diperbolehkan (mubah). Hal ini diterangkan dalam firman Allah SWT surat al A'raf ayat 31:

يَٰبَنِيٓ ءَادَمَ خُذُواْ زِينَتَكُمۡ عِندَ كُلِّ مَسۡجِدٖ وَكُلُواْ وَٱشۡرَبُواْ وَلَا تُسۡرِفُوٓاْۚ إِنَّهُۥ لَا يُحِبُّ ٱلۡمُسۡرِفِينَ ٣١

Artinya: "Hai anak Adam, pakailah pakaianmu yang indah di setiap (memasuki) masjid, makan dan minumlah, dan janganlah berlebih-lebihan. Sesungguhnya Allah tidak menyukai orang-orang yang berlebih-lebihan".

Ayat di atas menjelaskan bahwa Allah SWT memperbolehkan bagi hamba-Nya menggunakan segala sesuatu yang bagus di dunia ini, diantaranya adalah berhias dan rizqi yang baik. Perhiasan adalah segala sesuatu yang dipakai untuk memperelok. Para wanita seringkali berhias menggunakan berbagai macam kosmetik agar tampak lebih cantik.

Kosmetik sudah menjadi bagian yang terpenting dalam kehidupan sehari-hari. Seiring dengan berkembangnya jaman kebutuhan kosmetik semakin bertambah. Produk kosmetik dipakai secara berulang setiap hari dan diseluruh tubuh, mulai dari rambut sampai ujung kaki. Rambut berfungsi sebagai mahkota kecantikan, selain itu rambut juga memiliki fungsi yakni sebagai pelindung kulit kepala terhadap rangsang fisik seperti panas, dingin, kelembaban, dan sinar.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Menurut Jacob dalam Hussein (2015) seiring manusia makin menyadari bahwa betapa pentingnya penampilan sebagai penunjang keberhasilan maka fungsi alami rambut mulai tergeser oleh fungsi utamanya, yakni sebagai penunjang penampilan sehingga berbagai cara dilakukan untuk membuat penampilan rambut menjadi menarik. Salah satu caranya adalah dengan mengubah warna rambut menggunakan pewarna rambut/cat rambut. Mewarnai rambut ini bertujuan untuk menutupi rambut uban, untuk mengubah warna agar lebih modis atau terlihat lebih muda dan juga untuk mendapatkan kembali warna rambut asli yang telah berubah warna akibat sinar matahari yang telah merubah warna rambut.

Bahan yang digunakan dalam kosmetik salah satunya cat rambut terdiri dari dua macam komponen yaitu komponen pokok dan komponen tambahan. Senyawa timbal dalam kosmetik digunakan sebagai pigmen aditif. Kamal, dkk. (2005) yang melaporkan bahwa peningkatan kadar Pb dalam cat rambut disebabkan adanya reaksi antara cat rambut dengan $PbCrO_4$ yang digunakan sebagai pigmen warna kuning kecoklatan. Cat rambut yang mengandung senyawa logam apabila digunakan secara terus menerus dan dalam waktu yang lama dapat menyebabkan senyawa Pb terakumulasi di kulit kepala, dan juga dapat menimbulkan toksisitas yang berpengaruh terhadap sistem kardiovaskular, saraf, gastrointestinal, urinaria, endokrin, reproduksi dan bersifat karsinogenik dalam dosis tinggi. Menurut Badan Pengawasan Obat dan Makanan Republik Indonesia (2014) kadar logam Pb yang terdapat pada kosmetik salah satunya cat rambut yaitu tidak lebih dari 20 mg/L (20 µg/g).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Analisis logam timbal pada cat rambut dilakukan dengan menggunakan metode Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Metode SSA banyak digunakan dalam analisis kadar logam berat dalam sampel karena metode ini sangat tepat untuk menentukan kandungan unsur-unsur terutama logam dalam sampel dan menganalisis zat pada konsentrasi rendah, dan pada metode ini memiliki kepekaan, ketelitian, dan selektivitas yang sangat tinggi (Gunandjar, 1985). Jaya, dkk., (2013) menetapkan kadar Pb pada shampoo berbagai merek menggunakan metode Spektroskopi Serapan Atom (SSA), hasil analisa yang diperoleh dari 4 merek shampoo mengandung logam timbal antara 0,0405 – 0,3131 ppm.

Erasiska, dkk., (2015) menganalisa kandungan logam timbal, kadmium, dan merkuri dalam produk krim pemutih wajah menggunakan metode Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dan diperoleh konsentrasi logam Pb pada sampel sebesar 134,91 mg/L. Logam berat pada kosmetik dianalisis oleh Umar dan Caleb (2013) menggunakan metode Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dan diperoleh konsentrasi logam timbal pada beberapa sampel kosmetik antara 0,16 – 61,86 µg/g.

Spektroskopi Serapan Atom (SSA) adalah suatu metode analisis untuk penentuan unsur-unsur logam dan metaloid yang pengukurannya berdasarkan penyerapan cahaya dengan panjang gelombang tertentu oleh logam dalam keadaan bebas (Skoog, dkk., 2000). Perlakuan awal sebelum menganalisa sampel dengan SSA terlebih dahulu sampel didestruksi sesuai dengan kondisi sampel. Destruksi merupakan suatu metode pemecahan senyawa menjadi unsur-unsur yang dapat dianalisis. Pada dasarnya ada dua jenis destruksi yaitu destruksi kering dan destruksi basah (Kristianingrum, 2012).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Menurut Sumardi (1981) metode destruksi basah lebih baik daripada destruksi kering, karena tidak ada banyak bahan yang hilang dengan suhu pengabuan yang sangat tinggi. Hidayat (2015) menentukan kadar logam timbal (Pb) dalam sampel coklat batang menggunakan metode destruksi kering dan destruksi basah. Hasil analisa yang diperoleh konsentrasi logam Pb pada sampel coklat batang menggunakan metode destruksi basah lebih besar (9,827 mg/kg), daripada metode destruksi kering (3,199 mg/kg). Sehingga dapat dikatakan bahwa dalam analisa konsentrasi logam Pb dalam sampel coklat batang destruksi basah lebih baik dibandingkan dengan destruksi kering.

Destruksi basah merupakan perombakan sampel dengan asam-asam kuat baik tunggal maupun campuran dengan proses pemanasan. Pelarut-pelarut yang digunakan untuk destruksi basah antara lain asam nitrat (HNO_3), asam sulfat (H_2SO_4), asam perklorat ($HClO_4$), dan asam klorida (HCl). Pelarut-pelarut tersebut dapat digunakan baik tunggal maupun campuran. Al-Qutob, dkk., (2013) menganalisa kandungan logam berat (Ba, Pb, Bi, Al, Cr, Mn, Co, Ni, Cu, Zn, Mo, Ag, dan Cd) dalam berbagai sampel kosmetika menggunakan metode destruksi basah dengan larutan pengoksidasi HNO_3 menggunakan microwave dan dianalisis menggunakan ICP-MS. Hasil analisa menunjukkan sampel pewarna rambut mengandung logam berat timbal sebesar 5,35 ppm.

Pada penelitian ini digunakan zat pengoksidasi asam nitrat (HNO_3) tunggal dan campuran asam nitrat (HNO_3) dengan asam perklorat ($HClO_4$). Salve dan Sonwane (2015) menganalisa kandungan logam berat kadmium (Cd) dan timbal (Pb) dalam berbagai sampel kosmetika menggunakan larutan pengoksidasi HNO_3 dan $HClO_4$ dengan perbandingan 3:1. Hasil analisa sampel pewarna rambut

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

mengandung logam berat timbal sebesar 89,06 µg/g. Penelitian lain yang dilakukan oleh Hussein (2015) menganalisa kandungan logam berat kadmium (Cd), timbal (Pb), besi (Fe), dan tembaga (Cu) dalam sampel kosmetika pewarna rambut menggunakan larutan pengoksidasi HNO_3 dan $HClO_4$ dengan perbandingan 4:1. Hasil analisa menunjukkan dari 12 sampel pewarna rambut berbagai merek mengandung logam berat timbal antara 0,41 ppm – 0,92 ppm. Selain itu penelitian Kamal, dkk (2005) menentukan kadar logam berat Pb (timbal) dalam cat rambut menggunakan larutan pengoksidasi HNO_3 dan $HClO_4$ dengan perbandingan 7,5:1. Hasil analisa menunjukkan dari ketiga sampel cat rambut merek A, B, dan C secara berturut-turut 16,1323 µg/g, 16,1323 µg/g, dan 0,9548 µg/g.

Destruksi basah terdapat dua sistem yaitu sistem destruksi basah terbuka dan sistem destruksi basah tertutup. Sistem destruksi basah terbuka merupakan campuran sampel dan reagen asam dipanaskan secara terbuka dengan *hotplate*. Sedangkan destruksi basah tertutup merupakan reaksi pelarutan dan pemecahan dilakukan dalam wadah tertutup yang lebih aman terhadap penguapan dan pemuaian dari bahan (Namik, 2006).

Logam timbal dalam sampel coklat batang dianalisa oleh Hidayat (2015) dengan metode destruksi basah terbuka pemanasan menggunakan *hotplate* dan tertutup menggunakan *refluks*. Hasil analisa yang diperoleh konsentrasi logam timbal dalam sampel coklat batang menggunakan destruksi basah terbuka sebesar 1,720 mg/kg, sedangkan konsentrasi logam timbal dalam sampel coklat batang menggunakan destruksi basah tertutup sebesar 1,970 mg/kg.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Berdasarkan uraian di atas maka pada penelitian ini akan dilakukan analisis kadar logam timbal dalam sampel cat rambut, terlebih dahulu preparasi sampel dengan proses destruksi basah secara terbuka menggunakan hotplate dan secara tertutup menggunakan refluks yang didestruksi dengan larutan pengoksidasi HNO_3 10 mL dan campuran HNO_3 dengan $HClO_4$ menggunakan variasi komposisi yaitu (3:1), (4:1), (7,5:1) yang kemudian dianalisa menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, rumusan masalah dari penelitian ini adalah:

1. Bagaimana pengaruh metode destruksi dan zat pengoksidasi terbaik pada analisis timbal (Pb) dalam sampel cat rambut menggunakan metode SSA?
2. Berapa kadar Timbal (Pb) yang terkandung dalam sampel cat rambut menggunakan metode SSA?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah di atas, tujuan penelitian ini adalah:

1. Untuk mengetahui pengaruh metode destruksi dan zat pengoksidasi terbaik pada analisis timbal (Pb) dalam sampel cat rambut menggunakan metode SSA.
2. Untuk mengetahui kadar Timbal (Pb) yang terkandung dalam sampel cat rambut menggunakan metode SSA.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

1.4 Batasan Masalah

1. Sampel yang digunakan berupa 2 macam cat rambut warna hitam berbentuk krim dan 2 macam cat rambut warna hitam berbentuk serbuk yang beredar di Kota Malang dengan merek yang berbeda-beda.
2. Larutan pendestruksi yang digunakan adalah HNO_3 tunggal dan campuran HNO_3 dan $HClO_4$ dengan komposisi (3:1; 4:1; 7,5:1).

1.5 Manfaat Penelitian

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat bermanfaat agar memperoleh pengetahuan metode analisis menggunakan SSA dengan destruksi basah menggunakan zat pengoksidasi terbaik yang lebih efektif untuk analisis sampel yang mengandung Timbal (Pb) serta memberikan informasi kadar timbal dalam beberapa sampel cat rambut.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Cat Rambut

Cat rambut adalah sediaan kosmetik yang digunakan dalam tata rias rambut baik untuk mengembalikan warna asal/menutupi uban atau mengubah warna rambut. Pewarnaan rambut terdapat dua macam cara yaitu secara langsung dan tidak langsung. Pewarnaan rambut secara langsung adalah pewarnaan rambut menggunakan sediaan rambut yang dapat digunakan secara langsung tanpa mencampur komponen pewarna rambut terlebih dahulu. Pewarnaan rambut secara tidak langsung adalah pewarnaan rambut menggunakan sediaan pewarnaan rambut yang terdiri dari dua macam sediaan yaitu sediaan campuran warna intermediet dan sediaan pembangkit warna yang dicampur sesaat sebelum menggunakan (Badan POM, 2008).

Henna adalah jenis pewarnaan yang ditemukan oleh bangsa Mesir sekitar 1500 tahun sebelum Masehi. Teknik pewarnaan ini dianggap paling alami dan aman digunakan karena bahan dasarnya yaang terbuat dari daun pohon henna yang banyak ditemukan di dataran Asia dan Timur Tengah. Warna dasar yang dihasilkan oleh tanaman henna adalah merah ke arah oranye. Akan tetapi banyak produk henna yang dikombinasikan dengan bahan pewarna lain atau pewarna sintetis untuk menghasilkan warna seperti hitam atau cokelat. Daun dari pohon tersebut diproses menjadi bubuk atau pasta yang kemudian digunakan untuk mewarnai rambut, atau sering digunakan sebagai tato permanen.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

2.2 Logam Berat Timbal

Timbal merupakan logam yang lunak berwarna abu-abu kebiruan mengkilat serta mudah dimurnikan dari pertambangan. Logam timbal mempunyai sifat-sifat seperti memiliki titik lebur rendah, mudah dibentuk, memiliki sifat kimia yang aktif, sehingga bisa digunakan untuk melapisi logam agar tidak timbul perkaratan. Timbal meleleh pada suhu 328° C (662° F) dan titik didih 1740° C (3164° F) (Widowati, 2008). Logam ini disimbolkan dengan *Pb* dalam tabel periodik, termasuk ke dalam kelompok logam-logam golongan IV-A dengan nomor atom 82 dan berat atom 207,2 (Palar, 2012).

Masuknya persenyawaan logam Pb dalam tubuh dapat menimbulkan keracunan. Proses masuknya Pb ke dalam tubuh dapat melalui beberapa jalur, yaitu melalui makanan dan minuman, udara dan penetrasi pada selaput atau lapisan kulit. Penyerapan lewat kulit dapat terjadi disebabkan karena senyawa Pb ini dapat larut dalam lemak dan air (Palar, 2012).

Logam timbal dalam tubuh manusia bisa menghambat aktivitas enzim yang terlibat dalam pembentukan hemoglobin dan sebagian kecil Pb diekskresikan lewat urin atau feses karena sebagian terikat oleh protein, sedangkan sebagian lagi terakumulasi dalam ginjal, hati, kuku, jaringan lemak, dan rambut. Logam ini menjadi sangat berbahaya walaupun jumlah Pb yang diserap oleh tubuh hanya sedikit. Hal itu disebabkan senyawa-senyawa Pb dapat memberikan efek racun terhadap banyak fungsi organ yang terdapat dalam tubuh. Toksisitas Pb bersifat kronis dan akut (Widowati, 2008).

Menurut Badan Pengawasan Obat dan Makanan Republik Indonesia 2014 kadar logam Pb yang terdapat pada cat rambut yaitu tidak lebih dari 20 mg/L (20

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

µg/g). Apabila melebihi dari kadar Pb tersebut akan mengakibatkan keracunan kronis.

2.3 Destruksi

Destruksi merupakan suatu perlakuan untuk melarutkan, memecah, atau mengubah sampel menjadi bentuk materi yang dapat diukur sehingga kandungan berupa unsur-unsur di dalamnya dapat dianalisis. Istilah destruksi ini disebut juga perombakan, yaitu dari bentuk organik logam menjadi bentuk logam-logam anorganik. Dalam ilmu kimia terdapat dua jenis destruksi yaitu destruksi kering dan destruksi basah. Kedua destruksi ini memiliki teknik pengerjaan dan lama pemanasan atau pendestruksian yang berbeda (Kristianingrum, 2012).

2.3.1 Destruksi Kering

Destruksi kering merupakan perombakan organik logam di dalam sampel menjadi logam-logam anorganik dengan pengabuan sampel dalam *muffle furnace* dan memerlukan suhu pemanasan tertentu. Destruksi kering membutuhkan suhu tinggi antara 400-800° C pada saat pengabuan atau pemanasan, tetapi suhu ini sangat tergantung pada jenis sampel yang akan dianalisis. Untuk menentukan suhu pengabuan dengan sistem ini terlebih dahulu ditinjau jenis logam yang akan dianalisis (Kristianingrum, 2012).

Penelitian Fauzan (2014) mengenai analisa kadar logam timbal (Pb) dalam sediaan beberapa pewarna rambut dengan metode destruksi kering menggunakan zat pengoksidasi HNO_3 p.a. Diperoleh rata-rata kadar Pb dari kelima merek warna rambut H, U, B, T, dan M secara berturut-turut 0,0030%; 0,0022%; 0,0010%;

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

0,0392%; dan 0,0015 %. Dari data tersebut tidak ada yang melebihi kadar standar yang telah ditetapkan oleh Departemen Kesehatan RI yaitu 0,6%.

2.3.2 Destruksi Basah

Destruksi basah adalah pemanasan sampel dengan asam-asam kuat baik tunggal maupun campuran. Pelarut-pelarut yang dapat digunakan untuk destruksi basah antara lain asam nitrat (HNO_3), asam sulfat (H_2SO_4), asam perklorat ($HClO_4$), dan asam klorida (HCl) baik tunggal maupun campuran. Destruksi dikatakan sempurna apabila dalam sampel dimasukkan zat pengoksidasi yang kemudian dipanaskan dan ditandai dengan diperolehnya pelarut yang jernih pada larutan destruksi, yang menunjukkan bahwa semua konstituen yang ada telah larut sempurna atau perombakan senyawa-senyawa organik telah berjalan dengan baik (Kristianingrum, 2012).

Chauhan, dkk (2010) menentukan kadar logam timbal (Pb) dan kadmium (Cd) dalam kosmetik, preparasi sampel menggunakan metode destruksi basah dengan komposisi campuran larutan pengoksidasi HNO_3 dan $HClO_4$ (3:1). Hasil analisa yang diperoleh dari kelima sampel kosmetik yang dianalisa mengandung logam timbal (Pb) sebanyak 4,15 µg/g pada sampel sabun, 0,05 µg/g pada sampel krim wajah, 1,34 µg/g pada sampel sampo, 0,69 µg/g pada sampel krim cukur, dan 0,29 µg/g pada sampel bedak talkum.

Penambahan masing-masing asam mempunyai tujuan tersendiri. HNO_3 digunakan sebagai agen pengoksidasi utama karena HNO_3 ini merupakan pelarut logam yang baik dan berfungsi untuk memutus ikatan senyawa kompleks, dimana logam-logam yang terdapat dalam cuplikan membentuk senyawa kompleks

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

dengan bahan organik (Setyaningrum dan Sukesi, 2013). Timbal mudah larut dalam asam nitrat dan akan terbentuk nitrogen oksida (Svehla, 1990):

$$3Pb + 8HNO_3 \rightarrow 3Pb^{2+} + 6NO_3^{-} + 2NO \uparrow + 4H_2O \quad \text{.....(2.1)}$$

Gas NO yang dihasilkan dalam proses destruksi saat bereaksi dengan oksigen di udara akan membentuk gas NO_2 seperti pada reaksi berikut ini (Setyaningrum dan Sukesi, 2013):

$$2NO_{(g)} + O_{2(g)} \rightarrow 2NO_{2(g)} \quad \text{.....(2.2)}$$

Penambahan $HClO_4$ pada zat pengoksidasi berfungsi sebagai oksidator yang kuat untuk membantu HNO_3 mendekomposisi matriks organik sampel (Hidayati, 2013). Reaksi yang terjadi ketika logam timbal (Pb) direaksikan dengan HNO_3 dan $HClO_4$ sebagaimana berikut (Wulandari dan Sukesi, 2013):

$$Pb(CH_2O)_{x(s)} + HNO_{3(aq)} + HClO_{4(aq)} \rightarrow Pb(NO_3)_{x(aq)} + CO_{2(g)} + NO_{x(g)} + HClO_{3(l)} \quad \text{.....(2.3)}$$

Salve dan Sonwane (2015) menganalisa kandungan logam berat kadmium (Cd) dan timbal (Pb) dalam sampel kosmetika (cat kuku, kajal, pelembab, sabun wajah, shampo, sabun, bedak talek, pembersih, lipstik, krim wajah, dan pewarna rambut) menggunakan metode destruksi basah dengan komposisi larutan

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

pengoksidasi HNO_3 dan $HClO_4$ (3:1). Hasil analisa menunjukkan sampel pewarna rambut mengandung logam berat timbal sebesar 89,06 µg/g.

Hussein (2015) telah menganalisa kandungan logam berat kadmium (Cd), timbal (Pb), besi (Fe), dan tembaga (Cu) dalam sampel kosmetika pewarna rambut menggunakan metode destruksi basah dengan larutan pengoksidasi campuran HNO_3 dan $HClO_4$ (4:1). Hasil analisa menunjukkan dari 12 sampel pewarna rambut merek Xiucai-black, Xiucai-blonde, Lana-red, Garnier-blonde, Aquarely-blonde, Derio-blonde, Waves-brown, Waves-black, Koleston-blonde, Koleston-brown, ENPR-blonde, ENPR-brown berturut-turut mengandung logam berat timbal sebesar 0,56 ppm; 0,74 ppm; 0,75 ppm; 0,41 ppm; 0,76 ppm; 0,71 ppm; 0,61 ppm; 0,81 ppm; 0,91 ppm; 0,83 ppm; 0,81 ppm; 0,92 ppm.

Penelitian lain oleh Kamal, dkk (2005) menentukan kadar logam berat Pb (timbal) dalam cat rambut menggunakan metode destruksi basah dengan komposisi larutan pendestruksi HNO_3 dan $HClO_4$ (7,5:1). Hasil analisa menunjukkan dari ketiga sampel cat rambut merek A, B, dan C secara berturut-turut 16,1323 µg/g, 16,1323 µg/g, dan 0,9548 µg/g.

2.4 Analisis Kadar Logam Timbal dengan Menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

Spektrofotometri serapan atom adalah suatu metode analisis untuk menentukan konsentrasi suatu unsur dalam suatu cuplikan yang didasarkan pada proses penyerapan radiasi sumber 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

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

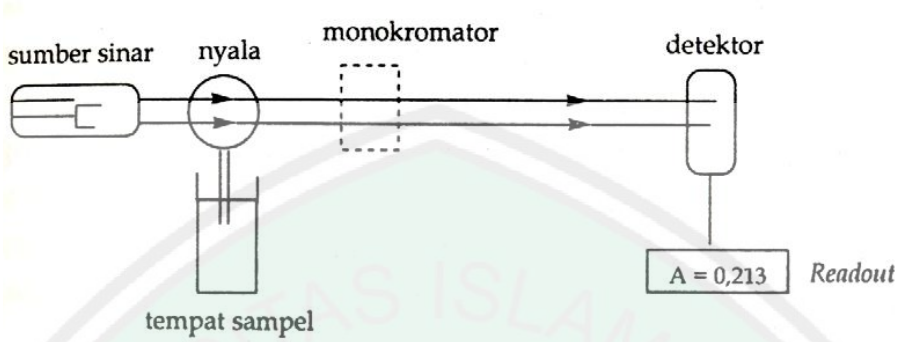
berpindah ke tingkat energi yang lebih tinggi. Banyaknya intensitas radiasi yang diserap sebanding dengan jumlah atom yang berada pada tingkat energi dasar yang menyerap energi radiasi tersebut. Dengan mengukur tingkat penyerapan radiasi atau (absorbansi) atau mengukur radiasi yang diteruskan (transmitansi), maka konsentrasi unsur di dalam cuplikan dapat ditentukan (Boybul dan Haryati, 2009).

Metode Spektroskopi Serapan Atom (SSA) berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom akan menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu tergantung pada sifat unsurnya. Misalnya, timbal menyerap pada panjang gelombang 217 nm. Cahaya pada panjang gelombang tersebut mempunyai cukup energi untuk mengubah tingkat elektronik suatu atom. Transisi elektronik suatu unsur bersifat spesifik. Dengan absorpsi energi, berarti memperoleh banyak energi, suatu atom pada keadaan dasar dinaikkan ke tingkat eksitasi (Khopkar, 2010).

Kamal, dkk (2005) menentukan kadar logam berat timbal (Pb) dalam cat rambut menggunakan metode instrumentasi Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Hasil anlisa menunjukkan dari ketiga sampel cat rambut merek A, B, dan C secara berturut-turut 16,1323 µg/g, 16,1323 µg/g, dan 0,9548 µg/g. Begitu juga dengan penelitian Jaya, dkk., (2013) menetapkan kadar Pb pada shampo berbagai merek menggunakan metode instrumentasi Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Hasil analisa yang diperoleh dari 4 merek shampo mengandung logam timbal antara 0,0405 – 0,3131 ppm.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Instrumentasi Spektroskopi Serapan Atom terdiri dari rangkaian berikut ini:



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

a. Sumber Sinar

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

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

katoda. Atom-atom unsur dari katoda ini mungkin akan mengalami eksitasi ke tingkat energi-energi elektron yang lebih tinggi dan akan memancarkan spektrum pencaran dari unsur yang sama dengan unsur yang akan dianalisis (Gandjar dan Rohman, 2007).

b. Tempat Sampel

Dalam analisis dengan spektrofotometri serapan atom, sampel yang akan dianalisis harus diuraikan menjadi atom-atom netral yang masih dalam keadaan asas. Ada berbagai macam alat yang dapat digunakan untuk mengubah suatu sampel menjadi uap atom-atom yaitu: dengan nyala (*flame*) dan dengan tanpa nyala (*flameless*) (Gandjar dan Rohman, 2007).

c. Monokromator

Monokromator dimaksudkan untuk memisahkan dan memilih panjang gelombang yang digunakan dalam analisis. Di dalam monokromator terdapat suatu alat yang digunakan untuk memisahkan radiasi resonansi dan kontinyu yang disebut dengan *chopper* (Gandjar dan Rohman, 2007).

d. Detektor

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

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

e. *Readout*

Readout merupakan suatu alat penunjuk atau dapat juga diartikan sebagai sistem pencatatan hasil. Pencatatan hasil dilakukan dengan suatu alat yang telah terkalibrasi untuk pembacaan suatu transmisi atau absorbsi. Hasil pembacaan dapat berupa angka atau berupa kurva dari suatu *recorder* yang menggambarkan absorbansi atau intensitas emisi (Gandjar dan Rohman, 2007).

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

Tabel 2.1 Kondisi SSA untuk analisis logam Pb :

Unsur	**Panjang gelombang (nm)**	**Tipe nyala**	**Sensitivitas (µg/ml)**	**Range kerja (µg/ml)**	**Batas deteksi (µg/ml)**
Pb	217	AA	0,11	5 – 20	0,015

Sumber: Khopkar (2010)

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

2.5 Analisis Data Menggunakan *Two Way ANOVA*

Analisis varians terdapat dua macam, yaitu analisis varians satu arah (*One-Way ANOVA*) dan analisis varians dua arah (*Two-Way ANOVA*). Dalam analisis varians satu arah hanya ada satu sumber keragaman (*source of variability*) dalam variabel terikat (*dependent variable*). Akan tetapi pada analisis varians dua arah harus mengukur setiap kombinasi dua faktor dari variabel terikat (*dependent variable*) (Sugiharto, 2009).

Analisis varians (*Analysis of Variance-ANOVA*) adalah prosedur statistika untuk mengkaji (mendeterminasi) apakah rata-rata hitung (*mean*) dari 3 populasi atau lebih, sama atau tidak. Dalam uji ANOVA, bukti sampel diambil dari setiap populasi yang sedang dikaji. Data-data yang diperoleh dari sampel tersebut digunakan untuk menghitung statistik sampel. Distribusi sampling yang digunakan untuk mengambil keputuasan statistik, yakni menolak atau menerima hipotesis nol (H_0), adalah DISTRIBUSI F (*F Distribution*) (Sugiharto, 2009):

1. Ho diterima jika F hitung < F tabel dan Ho ditolak jika F hitung > F tabel.
2. Ho ditolak jika sig < a dan Ho diterima jika sig > a

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

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

2.6 Berhias dalam Perspektif Islam

Hukum asal dari berhias adalah diperbolehkan (mubah). Hal ini diterangkan dalam Firman Allah SWT dalam al-Qur'an surat al A'raf ayat 32 yang berbunyi:

قُلْ مَنْ حَرَّمَ زِينَةَ ٱللَّهِ ٱلَّتِيٓ أَخْرَجَ لِعِبَادِهِۦ وَٱلطَّيِّبَٰتِ مِنَ ٱلرِّزْقِ ۚ قُلْ هِيَ لِلَّذِينَ ءَامَنُوا۟ فِي ٱلْحَيَوٰةِ ٱلدُّنْيَا خَالِصَةً يَوْمَ ٱلْقِيَٰمَةِ ۗ كَذَٰلِكَ نُفَصِّلُ ٱلْءَايَٰتِ لِقَوْمٍ يَعْلَمُونَ ٣٢

Artinya: "Katakanlah: Siapakah yang mengharamkan perhiasan dari Allah yang telah dikeluarkan-Nya untuk hamba-hamba-Nya dan (siapa pulakah yang emngharamkan) rezeki yang baik? Katakanlah: Semuanya itu (disediakan) bagi orang-orang yang beriman dalam kehidupan dunia, khusus (untuk mereka saja) di hari kiamat. Demikianlah Kami menjelaskan ayat-ayat itu bagi orang-orang yang mengetahui."

Allah SWT. menjelaskan dalam ayat di atas bahwa Allah membolehkan bagi hamba-Nya yang beriman segala sesuatu yang bagus di dalam kehidupan dunia ini dan membolehkan bersenang-senang dengannya. Ayat ini merupakan nash qur'aniy yang menerangkan bahwa seorang muslim dan muslimah diperbolehkan untuk bersenang-senang dengan menggunakan segala bentuk hiasan dan memanfaatkan segala yang bagus di dalam kehidupan dunia ini, sebagaimana ia menunjukkan bahwa asal segala makanan, pakaian, perhiasan adalah mubah. Sehingga dapat disimpulkan bahwa hukum asal wanita yang berhias dengan menggunakan hiasan apapun dan dengan sifat apapun adalah diperbolehkan (mubah) selama tidak ada larangan syar'i dalam berhias tersebut (al Anwar, 2013).

Mewarnai rambut yang tidak beruban dalam Islam diharamkan karena dikategorikan ke dalam bentuk tasyabbuh (penyerupaan) pada kebiasaan atau model rambut orang kafir. Akan tetapi jika rambutnya beruban maka disyariatkan

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

untuk mewarnainya. Nabi Muhammad SAW. Melarang menggunakan pewarna rambut yang berwarna hitam, sebagaimana hal tersebut terdapat dalam hadits Abdullah bin Abbas ra. riwayat An-Nasai no. 5075. Juga berdasarkan hadits Jabir bin Abdillah ra. dia berkata:

أُتِيَ بِأَبِي قُحَافَةَ يَوْمَ فَتْحِ مَكَّةَ وَرَأْسُهُ وَلِحْيَتُهُ كَالثَّغَامَةِ بَيَاضًا فَقَالَ رَسُوْلُ ٱللَّهِ صَلَّى ٱللَّهُ عَلَيْهِ وَسَلَّمَ غَيِّرُوا هَذَا بِشَيْءٍ وَاجْتَنِبُوا السَّوَادَ

Artinya: "Pada hari penaklukan, Makkah, Abu Quhafah dibawa ke hadapan Rasulullah SAW. dengan rambut dan jenggotnya yang memutih seperti pohon tsaghamah (pohon yang daun dan buahnya putih). Maka Rasulullah SAW. bersabda: "Rubahlah warna (uban) ini dengan sesuatu, tapi jauhilah yang berwarna hitam." (H.R. Muslim)

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan April – Juni 2016 di Laboratorium Kimia Analitik dan Laboratorium Instrumen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain seperangkat instrumentasi Spektroskopi Serapan Atom (SSA) tipe Varian spektra AA 240 lengkap dengan lampu katoda Pb, neraca analitik, *hot plate*, penangas air, bola hisap, seperangkat alat *refluks*, kertas saring Whatman nomer 42, lemari asap, dan seperangkat alat gelas laboratorium.

3.2.2 Bahan

Bahan utama yang digunakan adalah cat rambut warna hitam berbentuk krim dan serbuk dengan 4 merek yang berbeda, sedangkan bahan kimia yang digunakan adalah larutan standar Pb 1000 ppm (E-Merck), larutan HNO_3 p.a 65%, larutan $HClO_4$ p.a 70%, dan aquabidest.

3.3 Rancangan Penelitian

Jenis penelitian yang dilakukan adalah *Experimental Laboratory* menggunakan Rancangan Acak Kelompok (RAK) yang terdiri dari dua faktor yaitu perbandingan metode destruksi basah terbuka maupun tertutup dan pengaruh

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

variasi komposisi larutan pendestruksi pada sampel cat rambut. Adapun proses penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut: Larutan standar $Pb(NO_3)_2$ 10 mg/L dibuat dari larutan Pb 1000 mg/L yang dipipet sebanyak 1 mL dan dimasukkan dalam labu ukur 100 mL dan ditanda bataskan untuk diperoleh larutan standar Pb 10 mg/L. Larutan standar Pb 0,1 mg/L; 0,2 mg/L; 0,4 mg/L; 0,8 mg/L; dan 1,4 mg/L dibuat dengan cara memipet 0,5 mL; 1,0 mL; 2,0 mL; 4,0 mL; dan 7,0 mL larutan baku standar 10 mg/L ke dalam labu ukur 50 mL kemudian diencerkan sampai batas. Kemudian dianalisa menggunakan SSA dengan panjang gelombang 217 nm.

Langkah selanjutnya preparasi sampel dilakukan dengan mencampur 4 merek sampel cat rambut yang berbeda merek tersebut kemudian ditimbang sebanyak 0,5 gram. Selanjutnya menentukan metode destruksi terbaik dengan menambahkan 20 mL HNO_3 p.a dan dipanaskan sampai larutan jernih. Disaring dan diencerkan dengan menggunakan HNO_3 0,5 M, kemudian dianalisa menggunakan SSA dengan panjang gelombang 217 nm. Langkah selanjutnya menentukan variasi komposisi zat pengoksidasi dengan cara memilih salah satu dari metode destruksi basah yang terbaik, kemudian dilakukan penentuan variasi komposisi zat pengoksidasi dengan perbandingan HNO_3 p.a + $HClO_4$ p.a (3:1), HNO_3 p.a + $HClO_4$ p.a (4:1), HNO_3 p.a + $HClO_4$ p.a (7,5:1). Kemudian larutan yang dihasilkan dianalisa menggunakan SSA dengan panjang gelombang 217 nm. Kemudian dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali ulangan. Data yang diperoleh dianalisis dengan analisis ragam varian ANOVA untuk mengetahui perbandingan metode destruksi basah terbuka maupun tertutup dan pengaruh variasi komposisi larutan pendestruksi pada sampel cat rambut.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian yang dilakukan meliputi:

1. Pemilihan Sampel
2. Pembuatan kurva standar Pb
3. Analisa logam timbal dalam sampel cat rambut dengan menggunakan destruksi basah secara terbuka dan tertutup
4. Analisa logam timbal dalam sampel cat rambut pada masing-masing sampel
5. Analisis data

3.5 Cara Kerja

3.5.1 Pemilihan Sampel

Sampel cat rambut diperoleh dari supermarket-supermarket di Kota Malang, dengan ketentuan 2 jenis cat rambut warna hitam berbentuk krim dan 2 jenis cat rambut warna hitam berbentuk serbuk dengan merek yang berbeda-beda.

3.5.2 Pembuatan Kurva Standar Pb

Larutan standar $Pb(NO_3)_2$ 10 mg/L dibuat dari larutan stok Pb 1000 mg/L yang dipipet sebanyak 1 mL dan dimasukkan dalam labu ukur 100 mL dan ditanda bataskan. Larutan standar Pb 0,1 mg/L; 0,2 mg/L; 0,4 mg/L; 0,8 mg/L; dan 1,4 mg/L dibuat dengan cara memipet 0,5 mL; 1,0 mL; 2,0 mL; 4,0 mL; dan 7,0 mL larutan baku standar 10 mg/L ke dalam labu ukur 50 mL kemudian diencerkan sampai batas. Sederet larutan standar Pb tersebut dianalisis dengan Spektrometri Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang 217 nm sehingga diperoleh data absorbansi masing-masing larutan standar (Gandjar dan Rohman, 2007). Setelah diperoleh kurva standar, dilanjutkan preparasi sampel

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

menggunakan destruksi basah secara terbuka dan tertutup dengan variasi zat pengoksidasi.

3.5.3 Analisis Logam Timbal dalam Sampel Cat Rambut dengan Menggunakan Destruksi Basah Secara Terbuka dan Tertutup

3.5.3.1 Destruksi Basah secara Terbuka

Masing-masing sampel ditimbang sebanyak 0,5 gram, kemudian dicampurkan semua sampel sampai homogen. Diambil 0,5 gram dari sampel yang sudah homogen dan dimasukkan dalam *beaker glass* 50 mL, ditambahkan HNO_3 65% p.a sebanyak 20 mL. Kemudian dipanaskan di atas *hot plate* pada suhu 100° C sampai volume berkurang setengah dari volume awal. Kemudian sampel disaring dengan menggunakan kertas saring Whatman nomer 42, filtrat dimasukkan dalam labu ukur 10 mL dan diencerkan dengan HNO_3 0,5 M sampai tanda batas. Kemudian dianalisis menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang 217 nm. Perlakuan tersebut dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali ulangan dan dilakukan pada zat pengoksidasi yang lain (sesuai dengan komposisi yang tertera pada tabel 3.1).

3.5.3.2 Destruksi Basah secara Tertutup

Masing-masing sampel ditimbang sebanyak 0,5 gram, kemudian dicampurkan semua sampel sampai homogen. Diambil 0,5 gram dari sampel yang sudah homogen dan ditambahkan zat pengoksidasi HNO_3 65% p.a 20 mL di dalam refluks, kemudian dipanaskan di dalam *refluks* dengan suhu 100° C sampai diperoleh larutan berwarna jernih. Setelah proses refluks selesai, larutan didinginkan sampai suhu kamar. Disaring menggunakan kertas saring Whatman nomer 42 dan dimasukkan dalam labu ukur 25 mL, diencerkan dengan HNO_3 0,5 M sampai tanda batas. Kemudian dianalisis menggunakan Spektrofotometri

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang 217 nm. Perlakuan tersebut dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali ulangan dan dilakukan pada zat pengoksidasi yang lain (sesuai dengan komposisi yang tertera pada tabel 3.1).

Adapun variasi sampel, destruksi, dan zat pendestruksi yang digunakan adalah sebagai berikut:

Tabel 3.1 Variasi sampel, destruksi, dan zat pendestruksi.

Oksidator / Destruksi	HNO_3 p.a	HNO_3 p.a + $HClO_4$ p.a (3:1)*	HNO_3 p.a + $HClO_4$ p.a (4:1)**	HNO_3 p.a + $HClO_4$ p.a (7,5:1)***
Terbuka	20 ml	15 ml : 5 ml	16 ml : 4 ml	17,6 ml : 2,4 ml
Tertutup	20 ml	15 ml : 5 ml	16 ml : 4 ml	17,6 ml : 2,4 ml

Sumber:
* Salve dan Sonwane (2015)
** Hussein (2015)
*** Kamal, dkk., (2005)

3.5.4 Analisis Logam Timbal dalam Sampel Cat Rambut Pada Masing-Masing Merek

Masing-masing sampel ditimbang sebanyak 0,5 gram kemudian dimasukkan dalam *labu alas bulat* dan diberi label. Ditambah zat pendestruksi yang terbaik (HNO_3:$HClO_4$ (3:1)) sebanyak 20 mL dan dipanaskan. Kemudian sampel disaring dengan menggunakan kertas saring Whatman nomer 42, filtrat dimasukkan dalam labu ukur 25 mL dan diencerkan dengan HNO_3 0,5 M sampai tanda batas. Kemudian dianalisis menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang 217 nm. Perlakuan tersebut dilakukan sebanyak 3 kali ulangan.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Tabel 3.2 Variasi sampel dan pengulangan

Ulangan / Sampel	Ulangan pertama (U_1)	Ulangan kedua (U_2)	Ulangan ketiga (U_3)
Sampel A (S_1)	S_1U_1	S_1U_2	S_1U_3
Sampel B (S_2)	S_2U_1	S_2U_2	S_2U_3
Sampel C (S_3)	S_3U_1	S_3U_2	S_3U_3
Sampel D (S_4)	S_4U_1	S_4U_2	S_4U_3

3.6 Analisis Data

Untuk mengetahui pengaruh jenis larutan pendestruksi terbaik dan penentuan kadar timbal dalam cat rambut dapat ditentukan dengan memasukkan data pengukuran dari timbal (Pb). Yaitu hubungan antara Konsentrasi (C) dengan Absorbansi (A) maka nilai yang dapat diketahui adalah nilai *slope* dan *intersep*, Kemudian nilai konsentrasi sampel dapat diketahui dengan memasukkan ke dalam persamaan regresi linear dengan menggunakan hukum Lambert-Beer yaitu:

$$y = ax + b \quad \text{.....(3.1)}$$

Keterangan:

y = Absorbansi Sampel x = Konsentrasi sampel

a = Slope b = *Intersep*

Dari data perhitungan regresi linier, maka dapat diketahui kadar logam sebenarnya menggunakan rumus:

$$\text{Kadar Pb} = \frac{V \times b \times F}{m} \quad \text{.....(3.2)}$$

Dimana: V = volume larutan (L)

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

b = kadar yang terbaca instrument (mg/L)

F = faktor pengenceran

m = berat sampel (kg)

Two way annova atau analisis variasi dua arah akan menunjukkan bahwa terdapat lebih dari satu faktor perlakuan. Hipotesis awal (H_0) dan berupa hipotesis alternatif (H_1) dimana H_0 ditolak apabila $F_{Hitung} > F_{Tabel}$. F_{Tabel} didapatkan dari tabel F signifikasi 0,05. Sedangkan F_{Hitung} menggunakan *software* SPSS atau dengan perhitungan manual F_{Hitung} dari persamaan di bawah ini:

$$F_{Hitung} = \frac{KTP}{KTG} \quad \text{.....(3.3)}$$

Dimana :

KTP = Kuadrat Tengah Perlakuan

KTG = Kuadrat Tengah Galat

Tabel 3.3 Variasi metode destruksi, zat oksidasi, dan pengulangan

Oksidator / Destruksi	HNO_3 p.a			HNO_3 p.a + $HClO_4$ p.a (3:1)*			HNO_3 p.a + $HClO_4$ p.a (4:1)**			HNO_3 p.a + $HClO_4$ p.a (7,5:1)***		
Ulangan	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
Terbuka												
Tertutup												

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian yang berjudul analisis kadar logam timbal (Pb) pada cat rambut dengan variasi zat pengoksidasi menggunakan destruksi basah secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA) ini dilakukan dengan beberapa tahapan penelitian seperti, pemilihan sampel, pembuatan kurva standar Pb, penentuan metode destruksi dan zat pengoksidasi terbaik analisa logam timbal dalam sampel cat rambut, dan analisis data.

4.1 Pemilihan Sampel

Dalam suatu penelitian teknik sampling sangat diperlukan karena sampel dalam analisis harus mewakili (representatif) materi yang akan dianalisis secara utuh dan homogen. Apabila teknik pengambilan sampel yang dilakukan salah meskipun metode analisis yang digunakan tepat dan teliti maka akan memberikan hasil yang kurang tepat. Homogenitas suatu sampel digunakan untuk meminimalkan kesalahan dalam melakukan generalisasi dari sampel ke populasi saat hasil analisa diperoleh.

Pengambilan sampel pada penelitian ini menggunakan metode *sampling probability* dengan teknik *simple random* sampling, dengan tujuan mengambil merek yang berbeda, bentuk yang berbeda, dan mengambil waktu kadaluarsa yang sama untuk dianalisis. Sampel cat rambut yang digunakan berwarna hitam dalam bentuk krim dengan merek “S” dan “M” dan dalam bentuk serbuk dengan merek “B” dan “H”. Dari hasil survey dibeberapa salon yang terdapat di Kota Malang cat

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

rambut warna hitam tersebut banyak disukai oleh konsumen baik dikalangan muda maupun orang tua untuk merubah warna rambut dan menutupi rambut yang sudah beruban agar terlihat lebih muda dan lebih modis. Selain itu warna hitam merupakan warna yang paling pekat yang dimungkinkan terdapat banyaknya pewarna dan kandungan logam seperti timbal.

Preparasi sampel dilakukan dengan cara ditimbang 1 gram masing-masing sampel cat rambut, kemudian dihomogenkan. Setelah itu ditimbang sebanyak 0,5 gram sampel yang sudah homogen tersebut untuk dianalisa menggunakan destruksi basah secara terbuka dan tertutup dengan tujuan menentukan metode destruksi dan zat pengoksidasi yang terbaik dalam analisis kadar Pb pada cat rambut.

4.2 Pembuatan Kurva Standar Pb

Kandungan logam dalam sampel yang memiliki konsentrasi kecil dianalisis menggunakan kurva standar. Kurva standar menyatakan hubungan antara berkas radiasi yang diabsorbsi, absorbansi (A) dengan konsentrasi (C) dari serangkaian zat standar yang telah diketahui konsentrasinya. Kurva standar dibuat berdasarkan hukum Lambert-Beer yang mana absorbansi akan berbanding lurus dengan konsentrasi, artinya apabila konsentrasi tinggi maka nilai absorbansi juga tinggi, begitu juga sebaliknya jika konsentrasi rendah maka absorbansi juga rendah.

Kurva standar dibuat berdasarkan hukum Lambert-Beer yaitu A = abc dengan absorbansi (A) sebagai Absis. Jika dibuat kurva absorbansi dengan konsentrasi larutan standar dan diperoleh kurva garis lurus, maka konstanta yang

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

harga perkaliannya ditentukan oleh *Slope* adalah nilai untuk a dan b. Dari perhitungan regresi linier y=ax+b maka penarikan garis lurus dapat dilihat atau diambil. Hubungan linier antara X dan Y dapat diketahui melalui harga koefisien kolerasi (R^2). Pada umumnya R^2=0,999 berarti kurva linier memiliki *slope* positif (Khopkar, 2010).

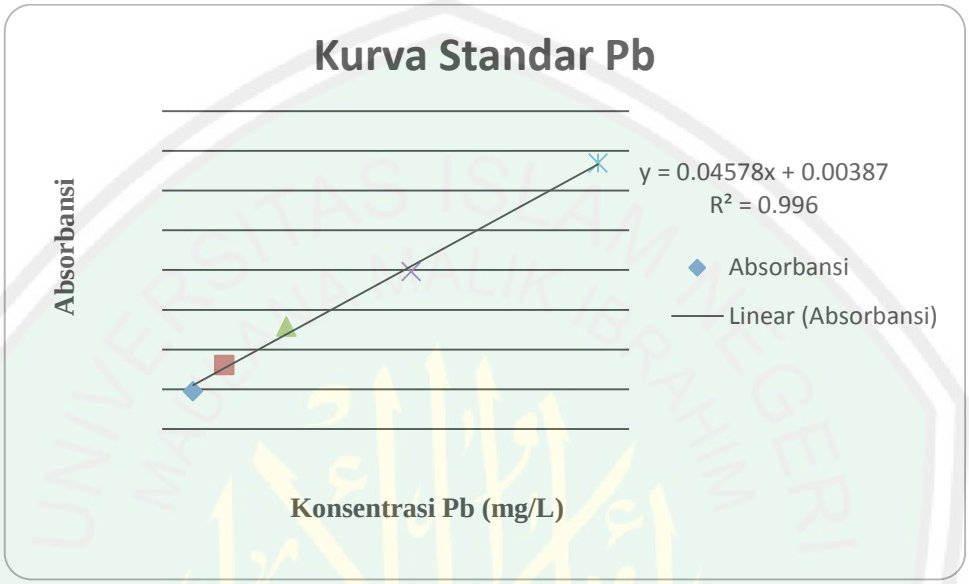
Kurva kalibrasi standar sangat penting karena merupakan jantung analisis kuantitatif. Apabila kurva standar yang diperoleh kurang linier maka pembuatan kurva standar harus diulangi untuk memperoleh data hasil uji yang akurat. Larutan standar yang dibuat akan dikatakan baik jika ditinjau dari faktor korelasi antara sumbu x (konsentrasi) dengan sumbu y (absorbansi). Kurva kalibrasi larutan standar diperoleh dari hasil pengukuran serapan larutan standar pada kondisi optimum analisis menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA).

Larutan standar timbal (Pb) dibuat dengan cara memindahkan 1 mL larutan stock 1000 mg/L ke dalam labu takar 100 mL, kemudian diencerkan sampai tanda batas dan diperoleh larutan standar timbal (Pb) 10 mg/L. Selanjutnya dibuat larutan standar timbal (Pb) 0,1 mg/L; 0,2 mg/L; 0,4 mg/L; 0,8 mg/L; dan 1,4 mg/L dengan cara memindahkan 0,5 mL; 1,0 mL; 2,0 mL; 4,0 mL; dan 7,0 mL larutan baku 10 mg/L ke dalam labu takar 50 mL dan diencerkan sampai tanda batas. Kemudian diukur absorbansi larutan standar logam timbal (Pb) dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang 217 nm.

Dari data yang diperoleh kemudian dibuat kurva kalibrasi dengan membandingkan konsentrasi larutan standar timbal (x) terhadap absorbansinya

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

(y), sehingga dapat ditentukan persamaan garis regresi liniernya. Kurva kalibrasi logam timbal (Pb) ditunjukkan pada gambar di bawah ini:



Gambar 4.1 Grafik kurva kalibrasi logam timbal (Pb)

Gambar 4.1 di atas menunjukkan bahwa regresi linier yang terbentuk adalah y=0,04578x+0,00387 sesuai dengan hukum *Lambert-Beer* yaitu y=ax+b, dimana y adalah absorbansi, a *slope*, x adalah konsentrasi, dan b adalah *intersep*. Nilai R yang diperoleh telah memenuhi syarat yang ditetapkan, dengan ketentuan R > 0,99 yang menunjukkan bahwa alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dalam kondisi baik dan persamaan garis lurus yang diperoleh dapat digunakan untuk menghitung konsentrasi sampel karena terdapat hubungan linier antara konsentrasi (C) dengan absorbansi (A).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

4.3 Penentuan Metode Destruksi dan Zat Pengoksidasi Terbaik Analisis Logam Timbal dalam Sampel Cat Rambut

Tahap awal penelitian ini adalah melakukan preparasi sampel pada cat rambut sebelum dianalisa menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Metode preparasi yang digunakan pada penelitian ini menggunakan metode destruksi basah secara terbuka (*hotplate*) dan tertutup (*refluks*). Masing-masing metode destruksi basah tersebut menggunakan asam pendestruksi yaitu asam nitrat (HNO_3) dan asam perklorat ($HClO_4$) dengan variasi HNO_3, HNO_3+$HClO_4$ (3:1), HNO_3+$HClO_4$ (4:1), HNO_3+$HClO_4$ (7,5:1). Tujuan variasi metode destruksi basah dan variasi zat pendestruksi pada penelitian ini yaitu untuk menentukan metode destruksi basah dan zat pendestruksi yang paling efektif pada analisis logam timbal (Pb) dalam cat rambut.

Destruksi basah terbuka merupakan perombakan sampel dengan asam-asam kuat baik tunggal maupun campuran yang dilakukan dengan proses pemanasan menggunakan *hotplate*. Kelebihan dari metode destruksi basah ini yaitu pengerjaannya lebih sederhana, oksidasi terjadi secara kontinyu dan cepat, serta unsur-unsur yang diperoleh mudah larut sehingga dapat ditentukan dengan metode analisa tertentu.

Penelitian ini menggunakan sampel cat rambut warna hitam dengan bentuk krim dan serbuk. Sampel cat rambut warna hitam dalam bentuk krim dan serbuk dihomogenkan dengan tujuan untuk mewakili materi yang akan dianalisis dan meminimalkan kesalahan dalam melakukan generalisasi dari sampel ke populasi. Sampel yang sudah homogen ditimbang sebanyak 0,5 gram dengan neraca analitik. Kemudian ditambahkan dengan jenis zat pengoksidasi sesuai

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

dengan komposisi yang telah ditentukan yaitu HNO_3, HNO_3+$HClO_4$ (3:1), HNO_3+$HClO_4$ (4:1), HNO_3+$HClO_4$ (7,5:1).

Proses berikutnya dilakukan pemanasan untuk menyempurnakan destruksi. Sampel didestruksi di atas *hotplate* pada suhu 100°C sampai larutan berkurang setengahnya dan dihasilkan larutan yang berwarna bening. Kesempurnaan destruksi ditandai dengan diperolehnya larutan jernih yang menunjukkan bahwa ikatan antara senyawa-senyawa organik dengan logam yang terdapat pada sampel telah terputus. Pemanasan memberikan energi yang memungkinkan untuk memutus ikatan senyawa kompleks antara logam timbal (Pb) dengan senyawa organik yang terdapat pada sampel cat rambut (Kurnianingsih, 2014). Selama proses pemanasan, sampel diaduk dengan pengaduk gelas agar sampel mudah larut dan memaksimalkan hasil destruksi.

Senyawa organik dalam sampel cat rambut akan mengalami pemutusan ikatan apabila sudah ditambah dengan zat pengoksidasi. Asam nitrat merupakan zat pengoksidasi utama dan umum digunakan dalam proses destruksi karena sifat asamnya yang kuat dan dapat melarutkan logam timbal (Pb). Dalam keadaan panas, asam nitrat akan mengoksidasi logam Pb, sehingga logam Pb dapat larut dengan sempurna dalam asam nitrat. Proses oksidasi ditandai dengan adanya gas warna hitam kecoklatan dari larutan sampel. Pemanasan selama proses detruksi mampu membantu pemutusan logam Pb dari sampel. Adapun reaksi antara logam timbal (Pb) dengan HNO_3, yaitu sebagai berikut:

$$2Pb(CHO)_{x(aq)} + 2HNO_{3(aq)} \xrightarrow{\Delta} Pb(NO_3)_{2(aq)} + 2CO_{2(g)} + 2NO_{(g)} + 2H_2O_{(l)}$$

..... (4.1)

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Senyawa organik dalam sampel cat rambut dimisalkan dengan $(CHO)_x$ seperti yang tertera pada persamaan 4.1, yang selanjutnya akan didekomposisi (oksidasi) oleh HNO_3, sehingga akan mengakibatkan logam timbal (Pb) akan terlepas dari ikatannya dengan senyawa organik dalam sampel dan menghasilkan gas CO_2 dan NO yang dapat meningkatkan tekanan pada proses destruksi. Akibat dekomposisi bahan organik oleh asam nitrat, unsur yang diteliti terlepas dari ikatannya dengan bahan organik, kemudian diubah ke dalam bentuk garamnya menjadi $Pb(NO_3)_2$ yang mudah larut dalam air. Menurut Setyaningrum dan Sukesi (2013) gas NO yang dihasilkan selama oksidasi bahan organik oleh asam nitrat, kemudian gas NO yang diuapkan dari larutan bereaksi dengan oksigen menghasilkan gas NO_2 yang akan diserap kembali oleh larutan. Adanya gas NO_2 mengindikasikan bahwa bahan organik telah dioksidasi asam nitrat. Berikut reaksi yang terjadi:

$$2NO_{(g)} + O_{2(g)} \rightarrow 2NO_{2(g)} \quad \text{.....(4.2)}$$

Variasi zat pengoksidasi yang lain yaitu campuran antara HNO_3 p.a + $HClO_4$ p.a dengan perbandingan (3:1), (4:1), (7,5:1). Penggunaan kombinasi asam sebagai zat pengoksidasi ini lebih baik jika dibandingkan dengan asam tunggal karena kombinasi asam akan mengoksidasi unsur organik secara cepat dan maksimal (Kurnianingsih, 2014). Zat pengoksidasi HNO_3 dan $HClO_4$ merupakan oksidator kuat, akan tetapi dari kedua zat pengoksidasi tersebut belum diketahui kekuatan asam mendestruksi logam timbal (Pb) dalam sampel cat rambut. Kekuatan asam dapat dilihat berdasarkan kemampuannya dalam melepaskan atom

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

hidrogen atau kemampuannya dalam membentuk ion H^+. Keasaman suatu asam dapat dilihat dari besarnya nilai pKa, semakin kecil nilai pKa maka kemampuan dalam melepaskan ion hidrogen semakin mudah dan tingkat keasaman semakin tinggi.

Pada semua variasi HNO_3 harus mempunyai volume yang lebih banyak daripada $HClO_4$ karena asam nitrat disini sebagai zat pengoksidasi utama dalam analisa kadar logam timbal (Pb) pada cat rambut. Penambahan $HClO_4$ berfungsi sebagai oksidator untuk membantu memaksimalkan HNO_3 mendekomposisi matriks organik pada cat rambut. Untuk meminimalisirkan ledakan ketika larutan sudah dipanaskan, penambahan $HClO_4$ dilakukan setelah penambahan HNO_3 karena dilihat dari sifatnya yang mudah meledak (*explosive*) sehingga cukup berbahaya.

Reaksi yang terjadi pada saat penambahan 2 variasi zat pengoksidasi adalah:

$$Pb(CH_2O)_{x(s)} + HNO_{3(aq)} + HClO_{4(aq)} \rightarrow Pb(NO_3)_{x(aq)} + CO_{2(g)} + NO_{x(g)} + HClO_{3(l)} \quad (4.3)$$

Pengaruh suhu sistem antara destruksi terbuka dan destruksi tertutup akan berdampak pada konsentrasi yang diserap oleh Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Oleh karena itu pada masing-masing jenis destruksi dan zat pengoksidasi akan memberikan hasil analisis yang berbeda. Pada penelitian ini telah membuktikan adanya pengaruh metode destruksi dan zat pengoksidasi dengan perbedaan hasil yang signifikan.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Untuk mengetahui ada tidaknya signifikasi pengaruh metode destruksi dan zat pengoksidasi dalam analisa kadar logam timbal (Pb) pada cat rambut dilakukan uji statistik menggunakan *Two Way Anova* yang memiliki tingkat kepercayaan 95%. Kemudian dilakukan pengujian hipotesis dengan:

1. $H_o = 0$, berarti tidak ada pengaruh jenis metode destruksi dan zat pengoksidasi terhadap perolehan kadar timbal (Pb).
2. $H_1 \neq 0$, berarti ada pengaruh jenis metode destruksi dan zat pengoksidasi terhadap perolehan kadar timbal (Pb).

Untuk menentukan H_o atau H_1 yang diterima maka ketentuan yang harus diikuti adalah sebagai berikut:

1. Jika F hitung > F tabel, maka H_o ditolak.
2. Jika F hitung < F tabel, maka H_o diterima.

Tabel 4.1 Hasil Uji *Two Way Annova* Pengaruh Metode Destruksi dan Zat Pengoksidasi Terhadap Kadar Logam Timbal (Pb) pada Cat Rambut

Sumber Variasi	*SS*	*Df*	*MS*	F_{hitung}	F_{tabel}	*Sig.*
Corrected Model	1341,757	5	268.351	34,694	1,71387	.000
Intersep	6917,992	1	6917,992	894,387		
Galat	139,228	18	7,735			
Total	8398,977	24				

Dari tabel 4.3 di atas dapat dilihat bahwa apabila nilai signifikasi (.000) < 0,05 maka H_o ditolak. Dengan tingkat kesalahan yang ditetapkan sebesar 0,05, diperoleh nilai F hitung = 34,694, sedangkan F tabel = 1,71387, dengan sesuai aturan F hitung (34,694) > F tabel (1,71387) maka H_o ditolak dan H_1 diterima,

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

artinya terdapat pengaruh yang signifikan dengan adanya variasi metode destruksi dan zat pengoksidasi dari penentuan kadar logam timbal (Pb) pada cat rambut.

Setelah proses destruksi dihentikan, larutan yang diperoleh didinginkan pada suhu ruang dan kemudian disaring dengan kertas saring *whatman* 42 untuk memisahkan residu yang masih terdapat dalam larutan. Kemudian larutan diencerkan dengan HNO_3 0,5 M ke dalam labu takar 10 mL. Pengenceran bertujuan untuk mendapatkan volume larutan yang akurat dan menghindari adanya bahaya pada instrumen yang diakibatkan oleh larutan hasil destruksi yang masih pekat.

Larutan dianalisis menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dengan metode kurva standar yang dapat digunakan kembali untuk menganalisis sampel selanjutnya (*recall*) untuk semua oksidator tersebut sehingga kita bisa membandingkan hasil pembacaan suatu kurva terhadap keempat oksidator tersebut ditinjau dari kestabilan data.

Destruksi refluks memiliki perlakuan yang hampir sama dengan destruksi basah. Destruksi refluks yaitu perombakan senyawa organik dalam sampel menggunakan zat pengoksidasi asam-asam kuat, hanya saja sistem komponennya menggunakan sistem tertutup. Kelebihan dari metode destruksi refluks ini, yakni meminimalisir kehilangan asam pekat yang volatil, sehingga dengan sistem tertutup dapat memaksimalkan proses destruksi.

Prinsip dari metode destruksi *refluks* ini yaitu pelarut volatil yang digunakan akan menguap pada suhu tinggi, namun akan didinginkan dengan kondensor sehingga pelarut akan mengembun pada kondensor kemudian pelarut akan turun lagi ke dalam wadah reaksi dan akan tetap ada selama reaksi

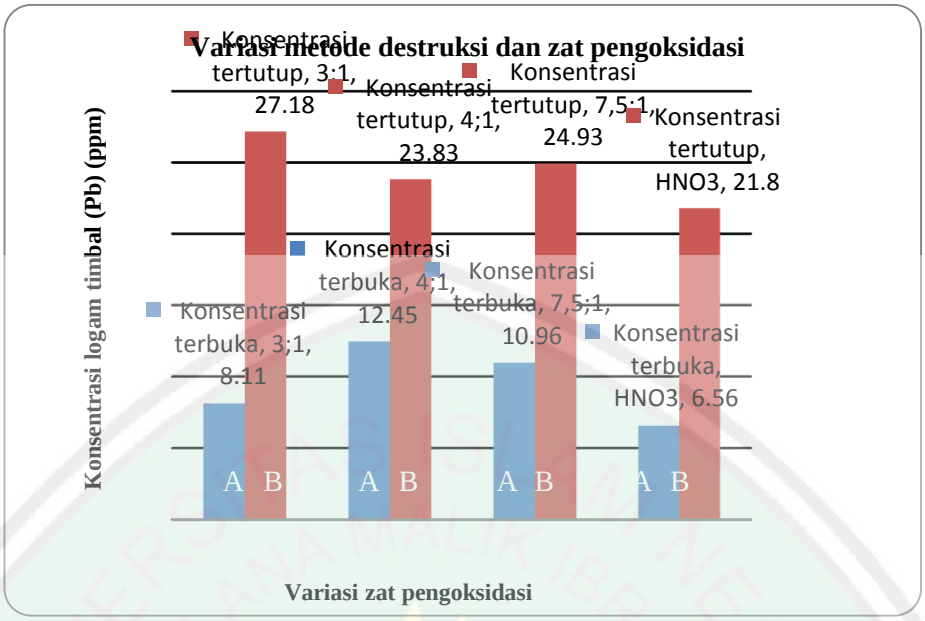
CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

berlangsung (Kalaskar, 2012). Perubahan warna yang terjadi pada sampel saat pemanasan menjadi indikator bahwa proses destruksi sedang berlangsung. Pada proses refluks perubahan warna yang terjadi pada saat proses destruksi berlangsung yaitu terjadi perubahan warna larutan dari warna cokelat keruh menjadi kuning bening yang disertai dengan adanya gelembung gas NO_2 disekitar labu alas bulat yang keluar mengindikasikan adanya proses oksidasi sampel yang disebabkan oleh pemanasan.

Proses destruksi dapat dihentikan apabila sudah diperoleh larutan yang jernih, yang mengindikasikan bahwa antara senyawa organik dengan logam pada sampel telah terputus. Volume larutan yang dihasilkan dari proses destruksi tersebut masih sama dengan volume awal, hal ini disebabkan karena komponen-komponen di dalam larutan tidak ada yang hilang (menguap) dengan sistem yang tertutup selama proses destruksi.

Berikut ini hasil perolehan konsentrasi rata-rata logam timbal (Pb) dalam larutan hasil destruksi pada cat rambut dengan variasi metode destruksi dan zat pengoksidasi HNO_3, HNO_3+$HClO_4$ (3:1), HNO_3+$HClO_4$ (4:1), HNO_3+$HClO_4$ (7,5:1):

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



Gambar 4.2 Diagram perbandingan perolehan konsentrasi Pb dalam larutan hasil destruksi berdasarkan variasi metode destruksi dan zat pengoksidasi

Keterangan:

A: Konsentrasi logam timbal (Pb) menggunakan destruksi basah terbuka (*hotplate*)

B: Konsentrasi logam timbal (Pb) menggunakan destruksi basah tertutup (*refluks*)

Gambar 4.3 di atas menunjukkan hubungan antara variasi metode destruksi dan zat pengoksidasi dengan konsentrasi kadar logam timbal (Pb). Dari diagram batang tersebut dapat dilihat bahwa hasil konsentrasi logam Pb menggunakan destruksi basah terbuka lebih rendah dibandingkan dengan menggunakan destruksi basah tertutup. Kecilnya nilai konsentrasi Pb pada destruksi basah terbuka ini disebabkan karena pada saat pemanasan menggunakan *hotplate* pelarut mengalami penguapan sampai volume berkurang setengah dari volume awal dan tidak bisa dikontrol laju penguapannya, sehingga kemampuannya dalam mendestruksi sampel menjadi tidak maksimal. Hal tersebut berbeda dengan destruksi basah tertutup, dimana volume larutan yang didestruksi tidak mengalami perubahan volume karena sistem yang digunakan tertutup, sehingga destruksinya dapat dilakukan dengan maksimal.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Penggunaan variasi pelarut lebih efektif dalam mendestruksi suatu sampel. Variasi zat pengoksidasi terbaik pada dua metode yang dilakukan diperoleh hasil yang berbeda. Pada destruksi basah terbuka variasi zat pengoksidasi HNO_3+$HClO_4$ (4:1) diperoleh hasil tertinggi, sedangkan pada destruksi basah tertutup hasil tertinggi diperoleh pada variasi zat pengoksidasi HNO_3+$HClO_4$ (3:1). $HClO_4$ merupakan asam yang lebih kuat dibandingkan dengan HNO_3, sehingga kemampuan mengoksidasinya lebih kuat. Nilai pKa pada $HClO_4$ sebesar -7 yang mana lebih kecil daripada HNO_3 sebesar -1,3, semakin kecil nilai pKa maka keasaman semakin tinggi.

Variasi zat pengoksidasi HNO_3+$HClO_4$ (3:1) pada destruksi basah tertutup hasil yang diperoleh lebih baik dibandingkan dengan variasi lainnya, karena pada komposisi zat pengoksidasi ini volume $HClO_4$ lebih banyak sehingga konsentrasi Pb yang diperoleh juga semakin tinggi. Berbeda halnya dengan destruksi basah terbuka yang menunjukkan bahwa variasi HNO_3+$HClO_4$ (4:1) merupakan hasil yang terbaik. Perbedaan hasil ini disebabkan karena kondisi destruksi yang berbeda. Destruksi basah terbuka tidak bisa mengendalikan penguapan yang terjadi pada zat pengoksidasi sehingga dapat mempengaruhi hasil pengukuran konsentrasi logam timbal (Pb) dalam sampel.

Dari keseluruhan hasil analisis dari penelitian ini merekomendasikan metode destruksi dan zat pengoksidasi terbaik untuk analisis logam timbal (Pb) dalam sampel cat rambut adalah metode destruksi basah tertutup (*refluks*) dengan zat pengoksidasi HNO_3+$HClO_4$ (3:1), berdasarkan nilai konsentrasi logam timbal (Pb) yang terukur paling tinggi.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

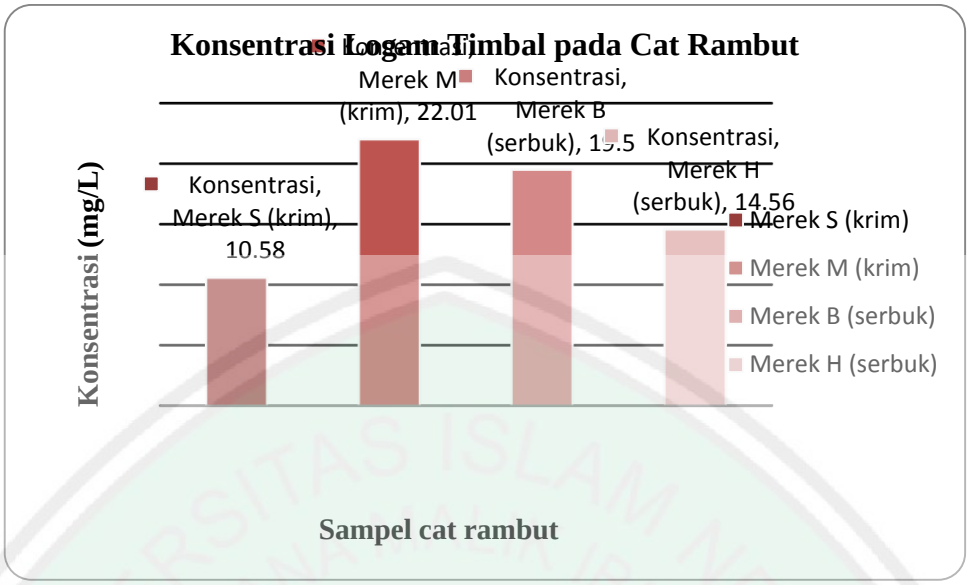
4.4 Analisis Logam Timbal dalam Sampel Cat Rambut Pada Masing-Masing Merek

Logam timbal (Pb) yang dapat terdeteksi di dalam sampel cat rambut digunakan sebagai bahan pewarna progresif dalam bentuk senyawaan Pb asetat. Mekanisme kerjanya adalah melalui reaksi antara timbal asetat dengan sulfur pada bagian keratin rambut. Keratin merupakan bagian terluar dari rambut. Sehingga dapat dikatakan sebagai proses oksidasi di permukaan rambut.

Logam timbal (Pb) apabila tidak sesuai dengan ketentuan maka akan dapat membahayakan jika terserap atau masuk ke dalam tubuh manusia. Setelah dilakukan uji statistik, dapat diketahui bahwa terdapat pengaruh yang signifikan pada metode destruksi dan zat pengoksidasi dalam analisa kadar logam timbal (Pb) pada sampel cat rambut. Perbedaan nilai konsentrasi membuktikan bahwa dari keempat variasi zat pengoksidasi yang digunakan mempunyai tingkat keasaman yang berbeda dalam memutus ikatan logam dengan senyawa-senyawa organik.

Penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam sampel cat rambut warna hitam dengan berbagai merek yang berbeda ini menggunakan metode destruksi basah tertutup (*refluks*) dan zat pengoksidasi yang digunakan HNO_3+$HClO_4$ (3:1). Sampel yang digunakan adalah dua jenis cat rambut warna hitam dengan merek yang berbeda, yakni dalam cat rambut bentuk krim dengan merek “S” dan “M” dan dalam bentuk serbuk dengan merek “B” dan “H”. Dari masing-masing sampel diuji dengan tiga kali pengulangan prosedur agar diperoleh data yang akurat dari setiap perlakuan. Hasil konsentrasi logam timbal (Pb) yang diperoleh dari larutan hasil destruksi pada masing-masing merek dalam cat rambut adalah sebagai berikut:

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



Gambar 4.3 Hasil konsentrasi logam timbal (Pb) pada masing-masing sampel cat rambut

Dari gambar 4.3 di atas dapat dikatakan bahwa berdasarkan urutan kadar logam timbal (Pb) pada cat rambut berbentuk krim merek M memiliki kadar yang lebih tinggi daripada merek S, dengan nilai kadar rata-rata yang diperoleh merek M (22,01 mg/L) > merek S (10,58 mg/L). Sedangkan pada cat rambut berbentuk serbuk merek B memiliki kadar yang lebih tinggi daripada merek H, dengan nilai kadar rata-rata yang diperoleh merek B (19,5 mg/L) > merek H (14,56 mg/L).

Timbal pada cat rambut digunakan sebagai zat pewarna aditif. Dari keempat masing-masing merek cat rambut tersebut apabila semakin tinggi kualitas cat rambut semakin pekat/gelap pula warna yang dihasilkan dan memiliki ketahanan yang lebih lama jika diaplikasikan pada rambut. Dari keempat merek cat rambut yang digunakan apabila dilihat dari segi kualitas urutan yang memiliki kepekatan paling gelap jika diaplikasikan pada rambut yaitu merek M > merek B > merek H > merek S. Sehingga dimungkinkan penambahan senyawa timbal sebagai zat pewarna aditif pada cat rambut yang memiliki kualitas dan kepekatan

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

yang tinggi lebih banyak dibandingkan dengan cat rambut yang memiliki kualitas rendah. Cat rambut yang memiliki kepekatan warna yang lebih gelap cenderung mengandung bahan kimia yang lebih banyak (Alodokter, 2016).

Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia (2014) menetapkan bahwa kadar logam timbal (Pb) yang diperbolehkan dalam kosmetik yaitu tidak lebih dari 20 mg/L. Berdasarkan data di atas dari ketiga sampel cat rambut warna hitam dengan merek S (krim), merek B (serbuk), merek H (serbuk) masih di bawah ambang batas yang ditentukan oleh BPOM. Sedangkan pada merek M (krim) kadar logam timbal (Pb) pada cat rambut melebihi ambang batas yang ditentukan oleh BPOM.

Penggunaan produk kosmetik yang terkandung logam berat dalam jangka waktu yang lama dapat menyebabkan logam tersebut terserap ke dalam tubuh dan dapat mengakibatkan efek yang serius, seperti iritasi kulit, kerusakan pada otak, ginjal, sistem saraf, sistem reproduksi, dan bahkan menyebabkan kanker dan kematian (Hussein,2013).

4.5 Kajian Tentang Berhias Menggunakan Cat Rambut dalam Perspektif Islam

Berhias merupakan hal yang sering dilakukan terutama oleh kaum wanita. Hukum dari berhias adalah diperbolehkan (mubah). Allah berfirman dalam surat al A'raf ayat 32 yang berbunyi:

قُلْ مَنْ حَرَّمَ زِينَةَ ٱللَّهِ ٱلَّتِيٓ أَخْرَجَ لِعِبَادِهِۦ وَٱلطَّيِّبَٰتِ مِنَ ٱلرِّزْقِ ۚ قُلْ هِيَ لِلَّذِينَ ءَامَنُوا۟
فِي ٱلْحَيَوٰةِ ٱلدُّنْيَا خَالِصَةً يَوْمَ ٱلْقِيَٰمَةِ ۗ كَذَٰلِكَ نُفَصِّلُ ٱلْءَايَٰتِ لِقَوْمٍ يَعْلَمُونَ ٣٢

Artinya: "Katakanlah: Siapakah yang mengharamkan perhiasan dari Allah yang telah dikeluarkan-Nya untuk hamba-hamba-Nya dan (siapa pulakah yang mengharamkan) rezeki yang baik? Katakanlah: semuanya itu

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

(disediakan) bagi orang-orang yang beriman dalam kehidupan dunia, khusus (untuk mereka saja) dihari kiamat. Demikianlah Kami menjelaskan ayat-ayat itu bagi orang-orang yang mengetahui".

Shiddiqi (2000) menafsirkan ayat tersebut bahwa Allah tidak mengharamkan hiasan dan rezeki yang baik, kecuali jika keduanya menghalangi kesempurnaan roh dan kesempurnaan budi. Menurut beliau agama juga tidak menyetujui pendapat yang menetapkan bahwa jalan mendekatkan diri kepada Allah haruslah ditempuh dengan menjauhkan diri dari hiasan dan makanan-makanan yang baik.

Ulama' ahli ushul fiqih mengatakan bahwa pada dasarnya hukum asal segala sesuatu itu adalah halal, hingga datang dalil yang merubah hukumnya menjadi haram. Adapun hal-hal yang menjadikan berhias itu haram adalah:

1. Berhias dihadapan laki-laki yang bukan mahramnya
2. Berhias dengan kosmetik berbahan berbahaya
3. Pengaruhnya bersifat permanen
4. Menyerupai wanita kafir
5. Berhias dengan berlebih-lebihan

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

وَقَرْنَ فِي بُيُوتِكُنَّ وَلَا تَبَرَّجْنَ تَبَرُّجَ ٱلْجَٰهِلِيَّةِ ٱلْأُولَىٰ ۖ وَأَقِمْنَ ٱلصَّلَوٰةَ وَءَاتِينَ ٱلزَّكَوٰةَ وَأَطِعْنَ ٱللَّهَ وَرَسُولَهُۥٓ ۚ إِنَّمَا يُرِيدُ ٱللَّهُ لِيُذْهِبَ عَنكُمُ ٱلرِّجْسَ أَهْلَ ٱلْبَيْتِ وَيُطَهِّرَكُمْ تَطْهِيرًا ٣٣

Artinya: "Dan hendaklah kamu tetap di rumahmu dan janganlah kamu berhias dan bertingkah laku seperti orang-orang Jahiliyah yang dahulu dan dirikanlah shalat, tunaikanlah zakat dan taatilah Allah dan Rasul-Nya.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Sesungguhnya Allah bermaksud hendak menghilangkan dosa dari kamu, hai ahlul bait dan membersihkan kamu sebersih-bersihnya".

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

Cat rambut merupakan salah satu kosmetik yang diduga mengandung bahan berbahaya. Bahan berbahaya tersebut diantaranya adalah logam berat timbal. Logam berat timbal terdapat dalam cat rambut disebabkan adanya unsur penambahan secara sengaja sebagai bahan aditif untuk meningkatkan warna pada cat rambut sehingga dapat menarik konsumen. Analisis tentang kadar logam timbal pada cat rambut dilakukan atas dasar adanya dampak negatif yang diderita oleh sebagian penggunanya. Allah SWT. berfirman dalam surat al A'raf ayat 31:

يَٰبَنِيٓ ءَادَمَ خُذُواْ زِينَتَكُمۡ عِندَ كُلِّ مَسۡجِدٖ وَكُلُواْ وَٱشۡرَبُواْ وَلَا تُسۡرِفُوٓاْۚ إِنَّهُۥ لَا يُحِبُّ ٱلۡمُسۡرِفِينَ ٣١

Artinya: "Hai anak Adam, pakailah pakaianmu yang indah di setiap (memasuki) mesjid, makan dan minumlah, dan janganlah berlebih-lebihan. Sesungguhnya Allah tidak menyukai orang-orang yang berlebih-lebihan."

مسرفين merupakan bentuk jamak dari kata israf yang artinya melampaui batas. Yang dimaksud dengan israf ialah mempergunakan sesuatu yang berlebihan dan melewati batas-batas yang seharusnya. Pemakaian cat rambut secara terus menerus dan berlebihan dapat mengakibatkan logam timbal yang terdapat pada cat rambut terakumulasi ke dalam kulit dan menimbulkan beberapa dampak negatif seperti kerusakan rambut, iritasi kulit, dan lain-lain.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Mewarnai rambut yang tidak beruban dalam Islam diharamkan karena dikategorikan ke dalam bentuk tasyabbuh (penyerupaan) pada kebiasaan atau model rambut orang kafir. Akan tetapi jika rambutnya beruban maka disyariatkan untuk mewarnainya. Nabi Muhammad SAW. Melarang menggunakan pewarna rambut yang berwarna hitam, sebagaimana hal tersebut terdapat dalam hadits Abdullah bin Abbas ra. riwayat An-Nasai no. 5075. Juga berdasarkan hadits Jabir bin Abdillah ra. dia berkata:

أُتِيَ بِأَبِي قُحَافَةَ يَوْمَ فَتْحِ مَكَّةَ وَرَأْسُهُ وَلِحْيَتُهُ كَالثَّغَامَةِ بَيَاضًا فَقَالَ رَسُوْلُ ٱللَّهِ صَلَّى ٱللَّهُ عَلَيْهِ وَسَلَّمَ غَيِّرُوا هَذَا بِشَيْءٍ وَاجْتَنِبُوا السَّوَادَ

Artinya: "Pada hari penaklukan, Makkah, Abu Quhafah dibawa ke hadapan Rasulullah SAW. dengan rambut dan jenggotnya yang memutih seperti pohon tsaghamah (pohon yang daun dan buahnya putih). Maka Rasulullah SAW. bersabda: "Rubahlah warna (uban) ini dengan sesuatu, tapi jauhilah yang berwarna hitam." (H.R. Muslim)

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB V

PENUTUP

5.1. Kesimpulan

Penelitian tentang Analisis Kadar Logam Timbal (Pb) pada Sampel Cat Rambut Dengan Variasi Zat Pengoksidasi Menggunakan Destruksi Basah Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA) ini dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Metode destruksi dan zat pengoksidasi mempengaruhi hasil analisis logam timbal (Pb) pada sampel cat rambut menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA), metode destruksi basah tertutup (*refluks*) menjadi metode destruksi yang terbaik dengan zat pengoksidasi campuran HNO_3+$HClO_4$ (3:1) dengan konsentrasi rata-rata logam timbal (Pb) pada larutan hasil destruksi sebesar 27,18 mg/L.
2. Kadar logam timbal (Pb) dalam larutan hasil destruksi pada keempat sampel cat rambut berkisar antara 9,8 – 23,3 mg/L.

5.2. Saran

Saran dalam penelitian ini adalah:

1. Analisis logam timbal (Pb) pada cat rambut menggunakan sampel yang berbeda-beda warna atau warna yang umum digunakan oleh konsumen
2. Penambahan variasi zat pengoksidasi berupa HNO_3+$HClO_4$ dengan perbandingan (1:1) dan (2:1) untuk membandingkan hasil dari uji penelitian sebelumnya

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3. Solusi cat rambut alami yang aman digunakan adalah menggunakan biji kacang walnut dan urang-aring yang dapat memberikan warna hitam yang berkilau pada rambut.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR PUSTAKA

Al-Anwar. 2013. *Fiqh Bermakeup Bagi Kaum Wanita*. (Online), (http://radiomajas.com/fiqh-bermake-up-bagi-kaum-wanita/), diakses 04 Agustus 2016.

Al-Jazairi. 2007. *Tafsir Al-Qur'an Al-Aisar (Jilid 3)*. Jakarta: Darus Sunnah.

Al-Mahalli, I.J., dan As Suyuti, I.J. 2008. *Tafsir Jalalain*. Bandung: Sinar Baru Algensindo.

Alodokter. 2016. *Bahan Kimia Dibalik Cat Rambut*. (Online), (http://www.alodokter.com/bahan-kimia-di-balik-cat-rambut), diakses 29 Agustus 2016.

Badan Pengawas Obat dan Makanan. 2008. Pewarna Rambut. *Naturakos*. 3(7): 5–7.

Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia. 2014. *Perubahan Atas Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Nomor HK. 03.1.23.07.11.6662 Tahun 2011 Tentang Persyaratan Cemaran Mikroba dan Logam Berat Dalam Kosmetika*. Jakarta: BPOM.

Bima. 2014. *Isyraf dan Tabdzir*. (Online), (http://liputanislam.com/kajian-islam/isyraf-dan-tabzir/), diakses 09 Agustus 2016.

Boybul dan Haryati, I. 2009. Analisis Unsur Pengotor Fe, Cr, dan Ni Dalam larutan Uranil Nitrat Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom. *SDM Teknologi Nuklir*. ISSN 1978 – 0176: 565 – 570.

Chauhan, A.S., Bhadauria, R., Singh, A.K., Lodhi, S.S., Chaturvedi, D.K., dan Tomar, V.S. 2010. Determination of Lead and Cadmium in Cosmetic Products. *J. Chem. Pharm. Res*. 2(6): 92 – 97.

Erasiska, Bali, S., dan Hanifah, T.A. 2015. Analisis Kandungan Logam Timbal, Kadmium dan Merkuri Dalam Produk Krim Pemutih Wajah. *JOM FMIPA*, 2(1): 1 – 7.

Fauzan. E.M. 2014. Analisis Kadar Timbal (Pb) Dalam Beberapa Sediaan Pewarna Rambut Yang Beredar Di Kota Makassar Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA). *Skripsi*. Makassar: UNHAS.

Femina, 2015. *Pewarna Rambut Henna*. (Online), (http:// http://www.femina.co.id/article/pewarna-rambut-henna), diakses 03 Agustus 2016.

Gandjar, I.G., dan Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Gunandjar. 1985. *Diktat Kuliah Spektrofotometri Serapan Atom*. Yogyakarta: Batan.

Hidayat, Y.S. 2015. Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) Dalam Coklat Batang Menggunakan Variasi Metode Destruksi Dan Zat Pengoksidasi Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). *Skripsi*. Malang: UIN Malang.

Hidayati, E.N. 2013. Perbandingan Metode Destruksi Pada Analisis Pb dalam Rambut dengan AAS. *Skripsi*. Semarang: Jurusan Kimia FMIPA UNS.

Hussein, H.J. 2015. Evaluation of The Concentration of Some Heavy Metals in Hair Dyes in Baghdad. *IJSR*. 4(9): 687 – 690.

Horwitz, W. 1975. *Official Methods Of Association Of Officials Analytical Chemistry. 12thed.* McGraw-Hill: New York.

Jaya, F., Guntarti, A., dan Kamal, Z. 2013. Penetapan Kadar Pb Pada Shampoo Berbagai Merk Dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom. *Batan*. 3(2): 9 – 13.

Kalaskar, M.M. 2012. Quantitative Analysis of Heavy Metals From Vegetables of Amba Nalain Amravati District. *Der Phama Chemica*, 4 :2373-2377.

Kamal, Z., Yazid, M., dan Supriyanto, C. 2005. Penentuan Kadar Pb (Timbal) dalam Cat Rambut dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom. *PT3M*. ISSN 0216 – 3128: 82 – 83.

Khopkar, S.M., dan Underwood, A.L. 2010. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta: Erlangga.

Kristianingrum, S. 2012. *Kajian Berbagai Proses Destruksi Sampel dan Efeknya*. Yogyakarta: UNY Press.

Kurnianingsih, D., Nurdiniyati, N., Nurfitria, U.N., Ritonga, A.A., Safii, I. 2014. Preparasi Sampel Untuk Analisis Mineral. Bogor: Departemen Gizi Masyarakat Fakultas Ekologi Manusia Institut Pertanian Bogor. 2 Oktober 2014.

Namik, K., Aras. O,. dan Ataman, Y. 2006. Trace Element Analysis of Food and Diet. *The Royal Society of Chemistry*: 66 – 67.

Palar, H. 2012. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta: PT. Rineka Cipta.

Salve, K.S., dan Sonwane, N.S. 2015. Detection of Heavy Metals in Cosmetics. *WJPR*. 4(4): 1368 – 1372.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Setyaningrum, A., dan Sukesi. 2013. Preparasi Penentuan Ca, Na, dan K dalam Nugget Ayam-Rumput Laut (*Eucheuma cottonii*). *J. Sains dan Seni Pomits*. 2(1): 60 – 63.

Shiddiqi., Hasbi, M., dan Teungku. 2000. *Tafsir AL-Qur'anul Majid An-Nuur*. Semarang: PT Pustaka Rizki Putra.

Sugiharto, T. 2009. Analisi Varians. *Bahan Kuliah Statistik 2*. FE Universitas Gunadarma, Jakarta.

Sumardi. 1981. *Metode Destruksi Contoh Secara Kering Dalam Analisa Unsur-Unsur Fe-Cu-Mn dan Zn dalam Contoh-Contoh Biologis*. Jakarta: LIPI.

Skoog, D.A., Donald, M.W., Holler, F.J., Crouch, S.R. 2000. *Fundamentals of Analytical Chemistry*. Publisher: Brooks Cole.

Svehla, G. 1990. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*. Jakarta: Kalman Media Pustaka.

Umar, M.A., dan Caleb, H. 2013. Analysis of Metals in Some Cosmetic Products in FCT-Abuja, Nigeria. *International Journal of Research in Cosmetic Science*, 3(2): 46-51.

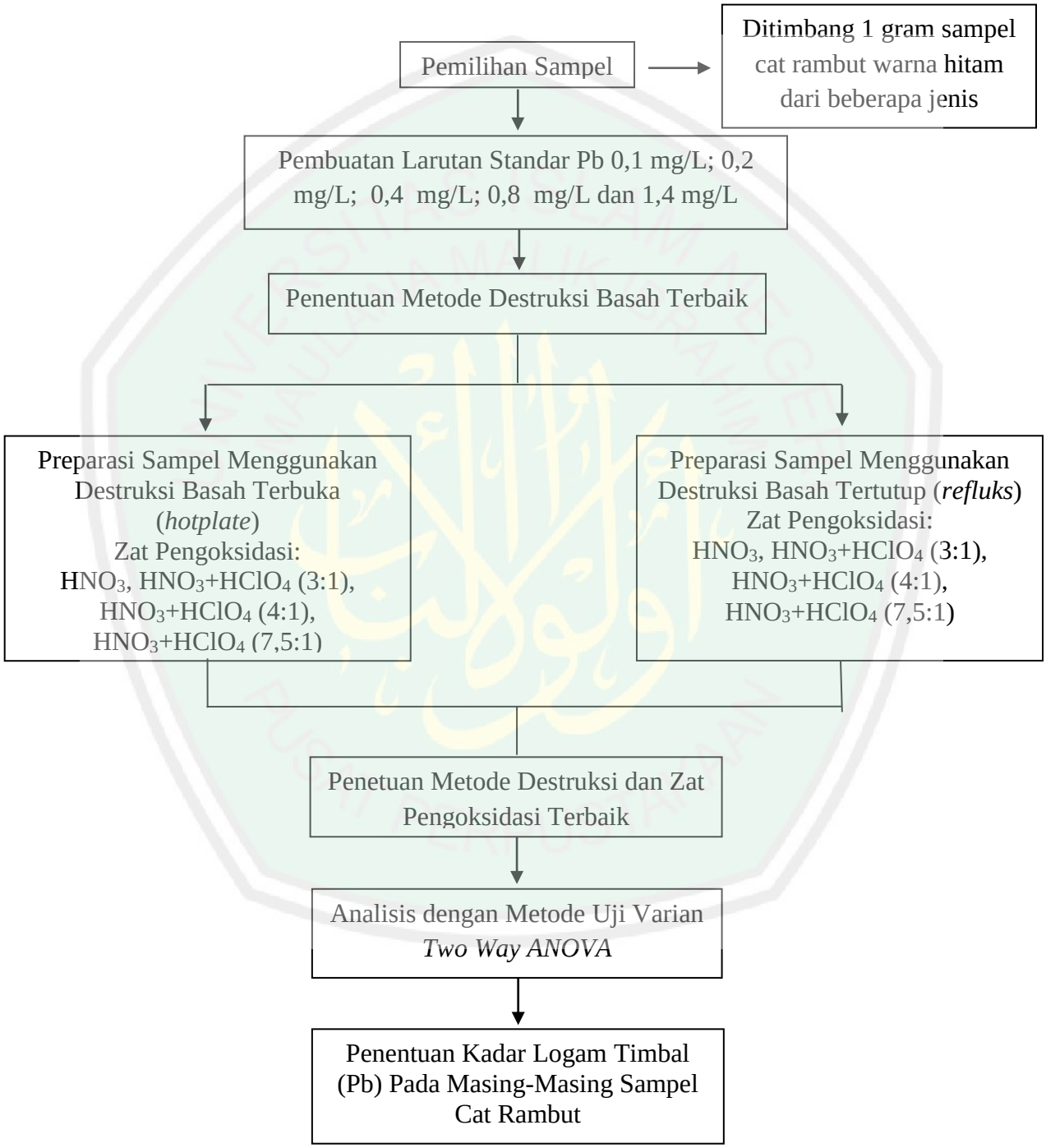
Widowati, W. 2008. *Efek Toksik Logam*. Yogyakarta: Andi.

Wulandari, A.E., dan Sukesi. Preparasi Penentuan Kadar Logam Pb, Cd dan Cu dalam Nugget Ayam Rumput Laut Merah (*Eucheuma cottoni*). *J. Sains dan Seni Pomits*. 2(2): 15 – 17.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian



CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

LAMPIRAN

Lampiran 2. Diagram Alir

1. Preparasi Sampel

Cat rambut

- Ditimbang masing-masing sampel sebanyak 0,5 gram
- Dicampurkan sampai homogen

Hasil

2. Pembuatan Kurva Standar

Larutan standar Pb 10 mg/L

- Dipipet 1 mL larutan Pb 1000 mg/L
- Dimasukkan dalam labu takar 100 mL dan ditanda bataskan

Larutan standar Pb 10 mg/L

- Diambil masing-masing 0,5 mL; 1,0 mL; 2,0 mL; 4,0 mL; dan 7,0 mL larutan baku standar 10 mg/L dan dimasukkan dalam labu ukur 50 mL
- Diencerkan sampai tanda batas sehingga diperoleh larutan standar Pb 0,1 mg/L; 0,2 mg/L; 0,4 mg/L; 0,8 mg/L; dan 1,4 mg/L
- Diukur dengan spektrometri serapan atom (SSA) dengan panjang gelombang 217 nm

Hasil

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3. Penentuan Metode Destruksi Terbaik

3.1 Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Terbuka

Sampel

- Ditimbang sampel yang sudah homogen sebanyak 0,5 gram
- Dimasukkan dalam *beaker glass* 50 mL
- Ditambah larutan pengoksidasi HNO_3 p.a sebanyak 20 mL dan zat pengoksidasi lain sesuai dengan tabel 3.1
- Dipanaskan di atas *hot plate* pada suhu 100 ^oC sampai larutan berwarna jernih dan larutan berkurang setengahnya dari volume awal
- Didinginkan dan disaring menggunakan kertas saring Whatman nomer 42

Filtrat

- Dimasukkan dalam labu ukur 10 mL dan diencerkan dengan HNO_3 0,5 M sampai tanda batas
- Dianalisis dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang 217 nm
- Dilakukan pengulangan perlakuan sebanyak 3 kali ulangan

Hasil

3.2 Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Tertutup

Sampel

- Ditimbang sampel yang sudah homogen sebanyak 0,5 gram
- Dimasukkan dalam labu alas bulat
- Ditambah larutan pengoksidasi HNO_3 p.a sebanyak 20 mL dan zat pengoksidasi lain sesuai dengan tabel 3.1
- Dipanaskan di dalam *refluks* pada suhu 100 ^oC sampai larutan berwarna jernih
- Didinginkan dan disaring menggunakan kertas saring Whatman nomer 42

Filtrat

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Filtrat

- Dimasukkan dalam labu ukur 25 mL dan diencerkan dengan HNO_3 0,5 M sampai tanda batas
- Dianalisis dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang 217 nm
- Dilakukan pengulangan perlakuan sebanyak 3 kali ulangan

Hasil

4. Penentuan Metode Destruksi dan Zat Pengoksidasi Terbaik Analisis Logam Timbal dalam Sampel Cat Rambut

Sampel

- Ditimbang masing-masing sampel sebanyak 0,5 gram
- Dimasukkan masing-masing ke dalam labu alas bulat dan diberi label
- Ditambah larutan pengoksidasi yang terbaik HNO_3 p.a + $HClO_4$ p.a (3:1)
- Dipanaskan di dalam *refluks* pada suhu 100 ^oC sampai larutan berwarna jernih
- Didinginkan dan disaring menggunakan kertas saring Whatman nomer 42

Filtrat

- Dimasukkan dalam labu ukur 25 mL dan diencerkan dengan HNO_3 0,5 M sampai tanda batas
- Dianalisis dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang 217 nm
- Dilakukan pengulangan perlakuan sebanyak 3 kali ulangan

Hasil

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Tabel 3.1 Variasi sampel dan oksidator

Oksidator / Destruksi	HNO_3 p.a	HNO_3 p.a + $HClO_4$ p.a (3:1)*	HNO_3 p.a + $HClO_4$ p.a (4:1)**	HNO_3 p.a + $HClO_4$ p.a (7,5:1)***
Terbuka	20 ml	15 ml : 5 ml	16 ml : 4 ml	17,6 ml : 2,4 ml
Tertutup	20 ml	15 ml : 5 ml	16 ml : 4 ml	17,6 ml : 2,4 ml

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

LAMPIRAN

Lampiran 3. Perhitungan

Perhitungan Preparasi Bahan

1. **Pembuatan Larutan Kurva Standar Timbal**

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

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

     $= V_1 \times 1000$ mg/L = 100 mL x 10 mg/L

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

     V_1 = 1 mL

   Sehingga larutan 10 ppm dibuat dengan cara dipipet 1 mL larutan induk 1000 ppm kemudian dilarutkan dengan larutan HNO_3 0,5 M ke dalam labu takar 100 mL.

   b. Pembuatan larutan standar 0,1 mg/L

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

     V_1 x 10 mg/L = 50 mL x 0,1 mg/L

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

     V_1 = 0,5 mL

   c. Pembuatan larutan standar 0,2 mg/L

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

     V_1 x 10 mg/L = 50 mL x 0,2 mg/L

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

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

V_1 = 1,0 mL

d. Pembuatan larutan standar 0,4 mg/L

- V_1 x M_1 = V_2 x M_2

  V_1 x 10 mg/L = 50 mL x 0,4 mg/L

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

  V_1 = 2,0 mL

e. Pembuatan larutan standar 0,8 mg/L

- V_1 x M_1 = V_2 x M_2

  V_1 x 10 mg/L = 50 mL x 0,8 mg/L

  $V_1 = \frac{50\ mL\ x\ 0{,}8\ mg/L}{10\ mg/L}$

  V_1 = 4,0 mL

f. Pembuatan larutan standar 1,4 mg/L

- V_1 x M_1 = V_2 x M_2

  V_1 x 10 mg/L = 50 mL x 1,4 mg/L

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

  V_1 = 7,0 mL

2. Pembuatan HNO_3 0,5 M

- $\rho = \frac{massa}{volume}$

  1,4 gr/mL = $\frac{massa}{65\ mL}$

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Massa = 1,4 gr x 65

= 91 gram

- $mol = \frac{ma\ 約sa}{Mr}$

  $= \frac{91\ gr}{63\ gr/mol}$

  = 1,44 mol

- $M = \frac{mol}{L}$

  $= \frac{1{,}44\ mol}{0{,}1\ L}$

  = 14,4 M

V1 x M1 = V2 x M2

V1 x 14,4 M = 1000 mL x 0,5 M

$$V1 = \frac{1000\ mL\ x\ 0{,}5\ M}{14{,}4\ M}$$

V1 = 34,7 mL

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3. **Perhitungan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Sampel Hasil Preparasi**
   a. **Destruksi Basah Terbuka (*Hotplate*)**

Kadar yang terbaca instrumen

No.	Variasi Zat Pengoksidasi	Kadar Logam Timbal (Pb) Hasil Destruksi (mg/L)		
		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III
1.	HNO_3	0,378	0,405	0,201
2.	$HNO_3 + HClO_4$ (3 : 1)	0,393	0,401	0,423
3.	$HNO_3 + HClO_4$ (4 : 1)	0,481	0,665	0,722
4.	$HNO_3 + HClO_4$ (7,5 : 1)	0,453	0,543	0,648

Kadar sebenarnya

No.	Variasi Zat Pengoksidasi	Kadar Logam Timbal (Pb) Hasil Destruksi (mg/L)			
		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Rata-Rata
1.	HNO_3	7,56	8,1	4,02	6,56
2.	$HNO_3 + HClO_4$ (3 : 1)	7,86	8,02	8,46	8,11
3.	$HNO_3 + HClO_4$ (4 : 1)	9,62	13,3	14,44	12,45
4.	$HNO_3 + HClO_4$ (7,5 : 1)	9,06	10,86	12,96	10,96

$$Konsentrasi\ sebenarnya = \frac{konsentrasi\ hasil\ pembacaan\ x\ Fp}{berat\ sampel}$$

- Pendestruksi HNO_3

$$T1 = \frac{0{,}378\ \frac{mg}{L} x\ 10}{0{,}5\ gram} = 7{,}56\ \text{mg/L}$$

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

$$T2 = \frac{0{,}405\ \frac{mg}{L} x\ 10}{0{,}5\ gram} = 8{,}1 \text{ mg/L}$$

$$T3 = \frac{0{,}201\ \frac{mg}{L} x\ 10}{0{,}5\ gram} = 4{,}02 \text{ mg/L}$$

- Pendestruksi HNO_3 + $HClO_4$ (3 : 1)

$$T1 = \frac{0{,}393\ \frac{mg}{L} x\ 10}{0{,}5\ gram} = 7{,}86 \text{ mg/L}$$

$$T2 = \frac{0{,}401\ \frac{mg}{L} x\ 10}{0{,}5\ gram} = 8{,}02 \text{ mg/L}$$

$$T3 = \frac{0{,}423\ \frac{mg}{L} x\ 10}{0{,}5\ gram} = 8{,}46 \text{ mg/L}$$

- Pendestruksi HNO_3 + $HClO_4$ (4 : 1)

$$T1 = \frac{0{,}481\ \frac{mg}{L} x\ 10}{0{,}5\ gram} = 9{,}62 \text{ mg/L}$$

$$T2 = \frac{0{,}665\ \frac{mg}{L} x\ 10}{0{,}5\ gram} = 13{,}3 \text{ mg/L}$$

$$T3 = \frac{0{,}722\ \frac{mg}{L} x\ 10}{0{,}5\ gram} = 14{,}44 \text{ mg/L}$$

- Pendestruksi HNO_3 + $HClO_4$ (4 : 1)

$$T1 = \frac{0{,}453\ \frac{mg}{L} x\ 10}{0{,}5\ gram} = 9{,}06 \text{ mg/L}$$

$$T2 = \frac{0{,}543\ \frac{mg}{L} x\ 10}{0{,}5\ gram} = 10{,}86 \text{ mg/L}$$

$$T3 = \frac{0{,}648\ \frac{mg}{L} x\ 10}{0{,}5\ gram} = 12{,}96 \text{ mg/L}$$

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

b. Destruksi Basah Tertutup (*Refluks*)

Kadar yang terbaca instrumen

No.	Variasi Zat Pengoksidasi	Kadar Logam Timbal (Pb) Hasil Destruksi (mg/L)		
		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III
1.	HNO_3	0,428	0,437	0,443
2.	$HNO_3 + HClO_4$ (3 : 1)	0,573	0,528	0,530
3.	$HNO_3 + HClO_4$ (4 : 1)	0,460	0,492	0,478
4.	$HNO_3 + HClO_4$ (7,5 : 1)	0,509	0,481	0,506

Kadar sebenarnya

No.	Variasi Zat Pengoksidasi	Kadar Logam Timbal (Pb) Hasil Destruksi (mg/L)			
		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Rata-Rata
1.	HNO_3	21,4	21,85	22,15	21,8
2.	$HNO_3 + HClO_4$ (3 : 1)	28,65	26,4	26,5	27,18
3.	$HNO_3 + HClO_4$ (4 : 1)	23	24,6	23,9	23,83
4.	$HNO_3 + HClO_4$ (7,5 : 1)	28,65	24,05	25,3	26

$$Konsentrasi\ sebenarnya = \frac{konsentrasi\ hasil\ pembacaan\ x\ Fp}{berat\ sampel}$$

- Pendestruksi HNO_3

$$R1 = \frac{0{,}428\ \frac{mg}{L} x\ 25}{0{,}5\ gram} = 21{,}4\ \text{mg/L}$$

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

$$R2 = \frac{0{,}437\ \frac{mg}{L} x\ 25}{0{,}5\ gram} = 21{,}85 \text{ mg/L}$$

$$R3 = \frac{0{,}443\ \frac{mg}{L} x\ 25}{0{,}5\ gram} = 22{,}15 \text{ mg/L}$$

- Pendestruksi HNO_3 + $HClO_4$ (3 : 1)

$$R1 = \frac{0{,}573\ \frac{mg}{L} x\ 25}{0{,}5\ gram} = 28{,}65 \text{ mg/L}$$

$$R2 = \frac{0{,}528\ \frac{mg}{L} x\ 25}{0{,}5\ gram} = 26{,}4 \text{ mg/L}$$

$$R3 = \frac{0{,}530\ \frac{mg}{L} x\ 25}{0{,}5\ gram} = 26{,}5 \text{ mg/L}$$

- Pendestruksi HNO_3 + $HClO_4$ (4 : 1)

$$R1 = \frac{0{,}460\ \frac{mg}{L} x\ 25}{0{,}5\ gram} = 23 \text{ mg/L}$$

$$R2 = \frac{0{,}492\ \frac{mg}{L} x\ 25}{0{,}5\ gram} = 24{,}6 \text{ mg/L}$$

$$R3 = \frac{0{,}478\ \frac{mg}{L} x\ 25}{0{,}5\ gram} = 23{,}9 \text{ mg/L}$$

- Pendestruksi HNO_3 + $HClO_4$ (4 : 1)

$$R1 = \frac{0{,}509\ \frac{mg}{L} x\ 25}{0{,}5\ gram} = 28{,}65 \text{ mg/L}$$

$$R2 = \frac{0{,}481\ \frac{mg}{L} x\ 25}{0{,}5\ gram} = 24{,}05 \text{ mg/L}$$

$$R3 = \frac{0{,}506\ \frac{mg}{L} x\ 25}{0{,}5\ gram} = 25{,}3 \text{ mg/L}$$

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

4. **Perhitungan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Masing-Masing Sampel**

Kadar yang terbaca instrumen

No.	Sampel	Kadar Logam Timbal (Pb) pada Sampel Cat Rambut (mg/L)		
		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III
1.	Merek S (krim)	0,205	0,196	0,234
2.	Merek M (krim)	0,434	0,421	0,466
3.	Merek B (serbuk)	0,391	0,393	0,386
4.	Merek H (serbuk)	0,290	0,290	0,294

Kadar sebenarnya

No.	Sampel	Kadar Logam Timbal pada Sampel Cat Rambut (mg/L)			
		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Rata-Rata
1.	Merek S (krim)	10,25	9,8	11,7	10,58,
2.	Merek M (krim)	21,7	21,05	23,3	22,01
3.	Merek B (serbuk)	19,55	19,65	19,3	19,5
4.	Merek H (serbuk)	14,5	14,5	14,7	14,56

$$Konsentrasi\ sebenarnya = \frac{konsentrasi\ hasil\ pembacaan\ x\ Fp}{berat\ sampel}$$

- Pendestruksi HNO_3

$$S1 = \frac{0{,}205\ \frac{mg}{L} x\ 25}{0{,}5\ gram} = 10{,}25\ \text{mg/L}$$

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

$$S2 = \frac{0{,}196\ \frac{mg}{L} x\ 25}{0{,}5\ gram} = 9{,}8 \text{ mg/L}$$

$$S3 = \frac{0{,}234\ \frac{mg}{L} x\ 25}{0{,}5\ gram} = 11{,}7 \text{ mg/L}$$

- Pendestruksi HNO_3 + $HClO_4$ (3 : 1)

$$M1 = \frac{0{,}434\ \frac{mg}{L} x\ 25}{0{,}5\ gram} = 21{,}7 \text{ mg/L}$$

$$M2 = \frac{0{,}421\ \frac{mg}{L} x\ 25}{0{,}5\ gram} = 21{,}05 \text{ mg/L}$$

$$M3 = \frac{0{,}466\ \frac{mg}{L} x\ 25}{0{,}5\ gram} = 23{,}3 \text{ mg/L}$$

- Pendestruksi HNO_3 + $HClO_4$ (4 : 1)

$$B1 = \frac{0{,}391\ \frac{mg}{L} x\ 25}{0{,}5\ gram} = 19{,}55 \text{ mg/L}$$

$$B2 = \frac{0{,}393\ \frac{mg}{L} x\ 25}{0{,}5\ gram} = 19{,}65 \text{ mg/L}$$

$$B3 = \frac{0{,}386\ \frac{mg}{L} x\ 25}{0{,}5\ gram} = 19{,}3 \text{ mg/L}$$

- Pendestruksi HNO_3 + $HClO_4$ (4 : 1)

$$H1 = \frac{0{,}290\ \frac{mg}{L} x\ 25}{0{,}5\ gram} = 14{,}5 \text{ mg/L}$$

$$H2 = \frac{0{,}290\ \frac{mg}{L} x\ 25}{0{,}5\ gram} = 14{,}5 \text{ mg/L}$$

$$H3 = \frac{0{,}294\ \frac{mg}{L} x\ 25}{0{,}5\ gram} = 14{,}7 \text{ mg/L}$$

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

LAMPIRAN

Lampiran 4. Hasil Analisis Spektroskopi Serapan Atom

1. **Destruksi Basah Terbuka**

No.	Variasi Zat Pengoksidasi	Kadar Logam Timbal (Pb) Hasil Destruksi (mg/L)		
		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III
1.	HNO_3	0,378	0,405	0,201
2.	$HNO_3 + HClO_4$ (3 : 1)	0,393	0,401	0,423
3.	$HNO_3 + HClO_4$ (4 : 1)	0,481	0,665	0,722
4.	$HNO_3 + HClO_4$ (7,5 : 1)	0,453	0,543	0,648

2. **Destruksi Basah Tertutup**

No.	Variasi Zat Pengoksidasi	Kadar Logam Timbal (Pb) Hasil Destruksi (mg/L)		
		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III
1.	HNO_3	0,428	0,437	0,443
2.	$HNO_3 + HClO_4$ (3 : 1)	0,573	0,528	0,530
3.	$HNO_3 + HClO_4$ (4 : 1)	0,460	0,492	0,478
4.	$HNO_3 + HClO_4$ (7,5 : 1)	0,509	0,481	0,506

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3. Analisis Masing-Masing Sampel

No.	Jenis Sampel	Kadar Logam Timbal (Pb) pada Sampel Cat Rambut (mg/L)		
		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III
1.	Merek S (krim)	0,205	0,196	0,234
2.	Merek M (krim)	0,434	0,421	0,466
3.	Merek B (serbuk)	0,391	0,393	0,386
4.	Merek H (serbuk)	0,290	0,290	0,294

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

LAMPIRAN

Lampiran 5. Hasil Statistik Uji *Two Way ANNOVA*

Univariate Analysis of Variance

Warnings

Post hoc tests are not performed for Perlakuan because there are fewer than three groups.

Between-Subjects Factors

		N
Ulangan	1	8
	2	8
	3	8
Perlakuan	1	12
	2	12

Descriptive Statistics

Dependent Variable:Data

Ulangan	Perlakuan	Mean	Std. Deviation	N
1	1	8.52500	.976166	4
	2	24.62500	3.158190	4
	Total	16.57500	8.873727	8
2	1	10.07000	2.525893	4
	2	24.22500	1.874611	4
	Total	17.14750	7.841382	8
3	1	9.96000	4.699191	4
	2	24.46250	1.872331	4
	Total	17.21125	8.429617	8
Total	1	9.51833	2.926226	12
	2	24.43750	2.159664	12
	Total	16.97792	8.024380	24

Levene's Test of Equality of Error Variances[a]

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Dependent Variable:Data

F	df1	df2	Sig.
2.888	5	18	.044

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

a. Design: Intercept + Ulangan + Perlakuan + Ulangan * Perlakuan

Tests of Between-Subjects Effects

Dependent Variable:Data

Source	Type III Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Corrected Model	1341.757[a]	5	268.351	34.694	.000
Intercept	6917.992	1	6917.992	894.387	.000
Ulangan	1.964	2	.982	.127	.882
Perlakuan	1335.489	1	1335.489	172.658	.000
Ulangan * Perlakuan	4.304	2	2.152	.278	.760
Error	139.228	18	7.735		
Total	8398.977	24			
Corrected Total	1480.986	23			

a. R Squared = .906 (Adjusted R Squared = .880)

Estimated Marginal Means

1. Ulangan

Dependent Variable:Data

Ulangan	Mean	Std. Error	95% Confidence Interval	
			Lower Bound	Upper Bound
1	16.575	.983	14.509	18.641
2	17.148	.983	15.082	19.213
3	17.211	.983	15.145	19.277

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

2. Perlakuan

Dependent Variable:Data

Perlakuan	Mean	Std. Error	95% Confidence Interval	
			Lower Bound	Upper Bound
1	9.518	.803	7.832	11.205
2	24.438	.803	22.751	26.124

3. Ulangan * Perlakuan

Dependent Variable:Data

Ulangan	Perlakuan	Mean	Std. Error	95% Confidence Interval	
				Lower Bound	Upper Bound
1	1	8.525	1.391	5.603	11.447
	2	24.625	1.391	21.703	27.547
2	1	10.070	1.391	7.148	12.992
	2	24.225	1.391	21.303	27.147
3	1	9.960	1.391	7.038	12.882
	2	24.463	1.391	21.541	27.384

Post Hoc Tests

Ulangan

Multiple Comparisons

Dependent Variable:Data

	(I) Ulangan	(J) Ulangan	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
						Lower Bound	Upper Bound
Tukey HSD	1	2	-.57250	1.390584	.911	-4.12150	2.97650
		3	-.63625	1.390584	.892	-4.18525	2.91275
	2	1	.57250	1.390584	.911	-2.97650	4.12150
		3	-.06375	1.390584	.999	-3.61275	3.48525
	3	1	.63625	1.390584	.892	-2.91275	4.18525

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

		2	.06375	1.390584	.999	-3.48525	3.61275
Bonferroni	1	2	-.57250	1.390584	1.000	-4.24245	3.09745
		3	-.63625	1.390584	1.000	-4.30620	3.03370
	2	1	.57250	1.390584	1.000	-3.09745	4.24245
		3	-.06375	1.390584	1.000	-3.73370	3.60620
	3	1	.63625	1.390584	1.000	-3.03370	4.30620
		2	.06375	1.390584	1.000	-3.60620	3.73370

Based on observed means.

The error term is Mean Square(Error) = 7.735.

Homogeneous Subsets

Data

	Ulangan	N	Subset
			1
TukeyHSD[a,,b]	1	8	16.57500
	2	8	17.14750
	3	8	17.21125
	Sig.		.892

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

Based on observed means.

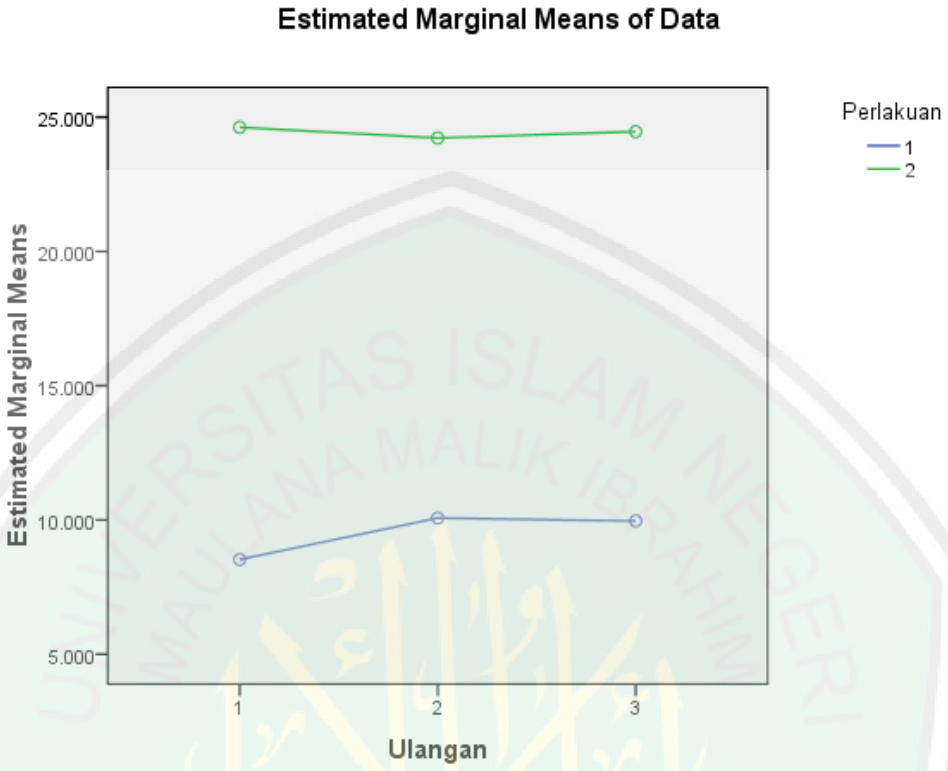
The error term is Mean Square(Error) = 7.735.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 8.000.

b. Alpha = .05.

Profile Plots

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

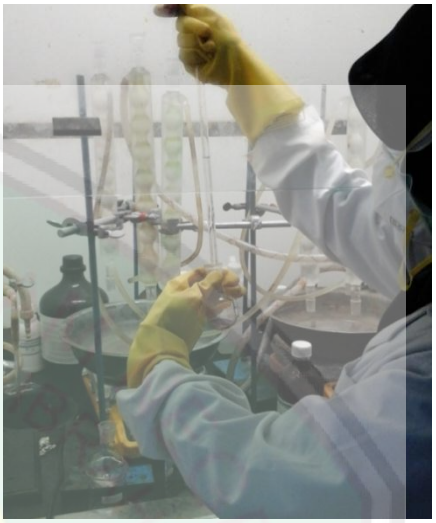


CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

LAMPIRAN

Lampiran 6. Dokumentasi

Penimbangan sampel

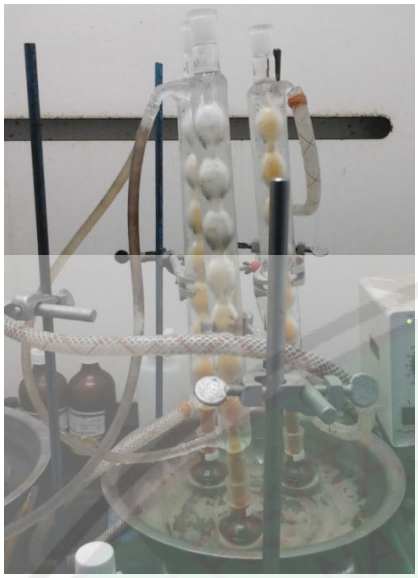


Penambahan larutan pengoksidasi

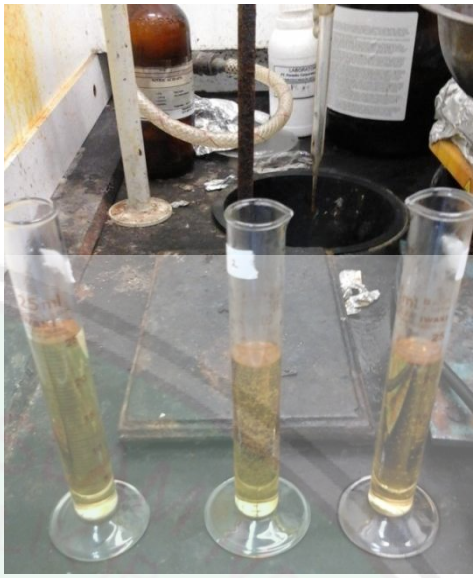
Warna larutan sebelum dipanaskan

Proses destruksi bassah terbuka

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



Proses destruksi basah tertutup



Warna larutan setelah dipanaskan

Penyaringan larutan hasil destruksi

Pengenceran larutan hasil destruksi dan akan dianalisis menggunakan SSA

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG