

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

SKRIPSI

Oleh:
RIA LAILI FADHILAH
NIM. 12630023



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

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

SKRIPSI

Oleh:

**RIA LAILI FADHILAH
NIM. 12630023**

Diajukan Kepada:

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

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

2016

ii

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

SKRIPSI

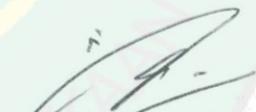
Oleh:
RIA LAILI FADHILAH
NIM. 12630023

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 14 September 2016

Pembimbing I

Pembimbing II


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


Ach. Nasichuddin, M.A
NIP. 19730705 200003 1 002

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia




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

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

SKRIPSI

Oleh:
RIA LAILI FADHILAH
NIM. 12630023

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 14 September 2016

Penguji Utama	: Eny Yulianti, M.Si NIP. 19760611 200501 2 006	(.....)
Ketua Penguji	: Diana Candra Dewi, M.Si NIP. 19770720 200312 2 001	(.....)
Sekretaris Penguji	: Ach. Nasichuddin, M. A NIP. 19730705 200003 1 002	(.....)
Anggota Penguji	: Rif'atul Mahmudah, M.Si NIPT. 19830125 20160801 2 068	(.....)

Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia



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

**SURAT PERNYATAAN
ORISINALITAS PENELITIAN**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Ria Laili Fadhilah
NIM : 12630023
Fakultas/Jurusan : Sains dan Teknologi/Kimia
Judul Penelitian : “Analisis Kadar Logam Timbal (Pb) Pada Sampo Dengan Variasi Metode Destruksi Basah Dan Zat Pengoksidasi Menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)”

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa hasil penelitian saya ini tidak terdapat unsur-unsur penjiplakan karya penelitian atau karya ilmiah yang pernah dilakukan atau dibuat oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis dikutip dalam naskah ini dan disebutkan dalam sumber kutipan dan daftar pustaka.

Apabila ternyata hasil penelitian ini terbukti terdapat unsur-unsur jiplakan, maka saya bersedia untuk mempertanggung jawabkan, serta diproses sesuai peraturan yang berlaku.

Malang, 14 September 2016

Yang Membuat Pernyataan,



Ria Laili Fadhilah
NIM. 12630023

PERSEMBAHAN

Do'a dan Rasa Syukur Kepada Allah SWT

Skripsi kutulis sebagai bentuk baktiku dan sayangku kepada Ayah ku H. Aman Mustofa (Alm) dan Ibunda yang sangat tercinta dan tersayang
Hj. Umrowati

Terima kasih untuk Kasih sayang dan Do'a yang selalu Engkau berikan Air mata dan keringatmu adalah pengorbanan yang takkan terbalaskan (Semoga mampu menjadi seperti yang Engkau Inginkan)

Bapak Ibu Dosen sebagai rasa terimakasihku atas ilmu yang Engkau berikan

Kakak ku Tersayang Mas Aris (Goris) dan Mas Riza (Goza) dan para ponaanku tercinta Nasywa, Rama, Amira dan Akila :*

Terimakasih pula para penghuni kos Woko A₃ (Rudi Tabuti) yaitu Ny. DonaLis (Noer Lisiyana) Ketua Geng, Elai Sugigay (Damayanti Elyana), John_tor (Devi Nurmalasari), Bekinyong (Dinda Atikah Sudiyono), Sundi Amaljariyah (Diana Amalullia), dan John_natan (Iradatul Ilahiyah) telah mengisi hari-hariku di Malang. # eaaa :D

Serta Kimia Kelas A 2012 terimakasih telah menjadi teman selama 4 tahun suka duka bersama kalian Semoga cepat menyusul S.Si ya teman-teman :)

Terimakasih atas motivasi dan dukungan
semuanya

خير الناس أنفعهم للناس

من يزرع يحص

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis ucapkan kehadiran Allah SWT, karena atas limpahan rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis mampu menyelesaikan skripsi yang berjudul “ANALISIS KADAR LOGAM TIMBAL (Pb) PADA SAMPO DENGAN VARIASI METODE DESTRUKSI BASAH DAN ZAT PENGOKSIDASI MENGGUNAKAN SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA)”. Laporan hasil penelitian ini disusun sebagai salah satu syarat untuk mengerjakan skripsi pada program Strata-1 di jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

Penulis menyadari dalam penyusunan laporan hasil penelitian ini tidak akan selesai tanpa bantuan dari berbagai pihak. Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Kedua orang tua yang telah memberikan dukungan moril serta materiil. Kakak yang tak pernah berhenti memberi semangat dan selalu memotivasi.
2. Prof. Dr. H. Mudjia Rahardjo, M.Si, selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Dr.drh. Bayyinatul, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
5. Diana Candra Dewi, M.Si, selaku dosen pembimbing laporan hasil penelitian yang telah meluangkan waktu untuk membimbing kami di sela-sela kesibukan beliau, demi terselesainya tugas ini.
6. Ach. Nasichuddin, M.A selaku dosen pembimbing agama laporan hasil penelitian yang telah meluangkan waktu untuk membimbing kami di sela-sela kesibukan beliau, demi terselesainya tugas ini.
7. Rif'atul Mahmudah, M.Si selaku dosen konsultan laporan hasil penelitian yang telah meluangkan waktu untuk membimbing kami di sela-sela kesibukan beliau, demi terselesainya tugas ini.

8. Seluruh Dosen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengalirkan ilmu, pengetahuan, pengalaman, wacana dan wawasannya, sebagai pedoman dan bekal bagi penulis..
9. Teman-teman Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberi motivasi, informasi, dan masukannya pada penulis yang telah memberikan motivasi dalam skripsi ini.
10. Serta pihak-pihak yang telah membantu kami yang tidak mungkin disebutkan satu per satu.

Penulis menyadari bahwa penelitian ini masih belum sempurna. Oleh karena itu, peneliti mengharapkan kritik dan saran demi kesempurnaan penelitian ini. Akhir kata semoga dengan tersusunnya skripsi ini dapat memberikan manfaat dan masukan bagi kita semua.

Malang, 14 September 2016

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGANTAR	ii
HALAMAN PERSETUJUAN	iii
HALAMAN PERSETUJUAN	iv
PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN	v
HALAMAN PERSEMBAHAN	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
ABSTRAK	xiv
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Batasan Masalah	5
1.5 Manfaat Penelitian	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Sampo	7
2.1.1 Pengertian Sampo dan Fungsi	7
2.1.2 Kandungan Sampo	7
2.2 Logam Berat Timbal (Pb)	9
2.2.1 Karakteristik Logam Berat Timbal (Pb)	9
2.2.2 Toksisitas Logam Berat Timbal (Pb)	11
2.2.3 Penelitian Tentang Kandungan Logam Berat Timbal (Pb) dalam Kosmetik	12
2.3 Destruksi	14
2.3.1 Destruksi Kering	14
2.3.2 Destruksi Basah	14
2.4 Spektroskopi Serapan Atom (SSA)	16
2.4.1 Prinsip Kerja Spektroskopi Serapan Atom (SSA)	16
2.4.2 Cara Kerja Spektroskopi Serapan Atom (SSA)	18
2.4.3 Instrumentasi Spektroskopi Serapan Atom (SSA)	20
2.6 Analisis <i>Two Way Anova</i>	22
2.7 Hukum Menggunakan Kosmetik dalam Islam	23

BAB III METODELOGI PENELITIAN

3.1 Pelaksanaan Penelitian	27
3.2 Alat dan Bahan	27
3.2.1 Alat	27
3.2.2 Bahan	27
3.3. Rancangan Penelitian	27
3.4. Tahapan Penelitian	28
3.5. Cara Kerja	29
3.5.1 Teknik Pengambilan sampel.....	29
3.5.2 Pembuatan Kurva Baku Standar Logam Timbal (Pb).....	29
3.5.3 Penentuan Destruksi Basah dan Zat Pengoksidasi yang Terbaik dalam Analisis Logam Timbal (Pb) pada Sampo	30
3.5.4 Analisis Timbal (Pb) pada Variasi Sampel dengan Metode Destruksi Basah yang Terbaik	31
3.5.5 Analisis Data	32

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Teknik Pengambilan Sampel	34
4.2 Pembuatan Kurva Baku Logam Timbal (Pb)	35
4.3 Penentuan Destruksi Basah dan Zat Pengoksidasi yang Terbaik dalam Analisis Logam Timbal (Pb) pada Sampo	37
4.4 Analisis Timbal (Pb) pada Variasi Sampel dengan Metode Destruksi Basah yang Terbaik.....	44
4.5 Analisis Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Sampo Menurut Perspektif Islam	46

BAB V PENUTUP

4.1 Kesimpulan	48
4.2 Saran	48

DAFTAR PUSTAKA	49
-----------------------------	----

LAMPIRAN	52
-----------------------	----

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Komponen Spektroskopi Serapan Atom.....	20
Gambar 4.1 Kurva Standar Timbal	36
Gambar 4.2 Penentuan Destruksi Basah dan Zat Pengoksidasi Terbaik	43
Gambar 4.3 Rata-rata Kadar Logam Timbal pada Masing-masing Sampel Sampo	45



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Temperatur Nyala	17
Tabel 2.2 Panjang Gelombang Optimum Untuk Logam Timbal (Pb)	19
Tabel 3.1 Variasi Zat Pengoksida dan Metode Destruksi	31
Tabel 3.2 Variasi Sampel dan Pengulangan.....	32
Tabel 3.3 Variasi Metode dan Pengulangan	33
Tabel 4.1 Hasil Rata-rata Kadar Timbal Destruksi Terbuka dan Destruksi Tertutup	41
Tabel 4.2 Hasil Uji Two Way Annova Pengaruh Metode Destruksi dan Zat Pengoksidasi Terhadap Kadar Logam Pb dalam Sampo	43



DAFTAR LAMPIRAN

Nomor	Judul
1	Rancangan Penelitian
2	Diagram Alir Kerja
3	Perhitungan
4	Dokumentasi
5	Kartu Konsultasi



ABSTRAK

Fadhilah, Ria Laili. 2016. **Analisis Kadar Logam Timbal (Pb) Pada Sampo Dengan Variasi Metode Destruksi Basah Dan Zat Pengoksidasi Menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Diana Candra Dewi, M.Si; Pembimbing II: Ach. Nasichuddin, M. A; Konsultan: Rif'atul Mahmudah, M.Si.

Kata Kunci : Sampo, Timbal, Destruksi, SSA

Sampo merupakan salah satu kosmetik pembersih rambut yang sering digunakan oleh wanita maupun pria. Sampo yang beredar di pasaran terdapat cemaran logam berat timbal (Pb) dalam sediaan warna sampo. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui metode destruksi basah dan zat pengoksidasi terbaik yang digunakan untuk menganalisis logam Pb dalam sampo dan mengetahui kadar timbal (Pb) pada tiap sampel sampo.

Penelitian ini dilakukan dengan cara mencampurkan tiap sampel sampo kemudian didestruksi basah terbuka dan destruksi basah tertutup (*refluks*) dengan variasi zat pengoksidasi HNO_3 ; $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (2:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (3:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (4:1) dan $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (5:1). Metode destruksi dan zat pengoksidasi terbaik digunakan untuk mendestruksi tiap-tiap sampel sampo. Kemudian diukur kadar timbal (Pb) menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Untuk mengetahui apakah ada pengaruh antara metode destruksi basah dan zat pengoksidasi terhadap logam timbal (Pb) diuji menggunakan *Two Way Anova*. Selanjutnya dilakukan analisis logam timbal masing-masing sampel dari ketiga warna sampo tersebut.

Hasil yang didapatkan dari uji *Two Way Anova* yaitu ada pengaruh antara metode destruksi basah dan zat pengoksidasi terhadap logam timbal (Pb). Metode destruksi basah dan zat pengoksidasi terbaik penelitian ini adalah destruksi basah tertutup (*refluks*) dengan zat pengoksidasi campuran $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (2:1). Konsentrasi logam timbal (Pb) pada sampel sampo label A, B, dan C secara berturut-turut diperoleh kadar sebesar 7,383 mg/L; 2,974 mg/L dan 7,137 mg/L.

ABSTRACT

Fadhilah, Ria Laili. 2016. **Analysis of Metals Levels of Lead (Pb) In Sampo With Destruction Method Variation Wet And Substance Oxidizing Using Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)**. Essay. Chemistry Department, Faculty of Science and Technology of the State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Diana Candra Dewi, M.Si; Supervisor II: Ach. Nasichuddin, M. A; Consultant: Rif'atul Mahmudah, M.Sc.

Keywords: Shampoo, Lead, Destruction, SSA

Shampoo is a hair cleanser used by women and men. Shampoo sold in the market may contains heavy metal of lead (Pb) from colouring addition. This study aims to determine wet destruction method and oxidizing agent used to analyze Pb in the shampoo, and determine level of lead (Pb) in each shampoo.

This research was carried out by mixing each sample of shampoo then wet digested open and close with an oxidizing agent HNO_3 ; $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (2: 1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (3: 1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (4: 1) and $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (5: 1). The best destruction method and an oxidizing agent is used to digested each sample of shampoo. Then measured the levels of lead (Pb) using Atomic Absorption Spectroscopy (AAS). To determine the influence between wet digestion method and an oxidizing agent to lead metal (Pb) is tested using Two Way Annova. The result obtained there is no effect between wet digestion method and an oxidizing agent to lead metal (Pb). After that analysis lead metal content of each sample of the three colors of the shampoo .

The result obtained there is effect between wet digestion method and an oxidizing agent lead metal (Pb). The best wet destruction method and oxidizing agent is wet digestion closed (reflux) with an oxidizing agent mixture $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (2: 1). The concentration of lead metal (Pb) in the samples of shampoo labeled A, B, and C respectively obtained concentration of 7.383 mg / L; 2,974 mg / L and 7.137 mg / L.

الملخص

فضيلة، ربا ليلي. 2016. تحليل مستويات المعادن القيادة (Pb) في سامبو مع التغيير الأسلوب التدمير الرطب والمادة أكسيد باستخدام مطيافية الامتصاص الذري (SSA). بحث جامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا في جامعة الإسلامية الحكومية مولانا مالك إبراهيم مالانج. المشرف الأول: ديانا جانديرا ديوي، الماجستير. المشرف الثاني: احمد نسيخ الدين، الماجستير؛ مستشار: رفعة المحمود، الماجستير

كلمات البحث: سامبو، الرصاص، تدمير، SSA

الشامبو هو مستحضرات التجميل المطهر الشعر التي غالبا ان تستخدم النساء والرجال. منتجات الشامبو على السوق هي التلوث بالمعادن القيادة (Pb) عادة ما تضاف لإعداد اللون. و اما الهدف هذه الدراسة لتحديد طريقة الهضم الرطب وأفضل وكيل مؤكسدة تستخدم لتحليل القيادة في الشامبو وتحديد مستويات القيادة (Pb) في كل العينة الشامبو.

وقد أجريت هذه الدراسة من خلال مزج كل عينة من الشامبو ثم الرطب المفتوحة وتدمير الرطب المغلقة (*refluks*) مع عامل مؤكسد $\text{HNO}_3 + \text{HNO}_3$; $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (2:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (3:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (4:1) و $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (5:1). طريقة التدمير و أفضل عامل مؤكسد تستخدمان لان تدميران كل عينة الشامبو. ثم قياس مستويات القيادة (Pb) باستخدام مطيافية الامتصاص الذري (SSA). لتحديد ما إذا كان هناك تأثير بين طريقة الهضم الرطب وعامل مؤكسد على القيادة (Pb) تم اختياره باستخدام *Two Way Anova*. والنتيجة التي تم الحصول عليها أي أثر بين طريقة الهضم الرطب وعامل مؤكسد أن يعزز تقدم القيادة (Pb)

ظهرت النتائج البحث طريقة التدمير الرطب و أفضل المادة مؤكسد يعنى تدمير الرطب المغلقة (*refluks*) مع عامل مؤكسد خليط $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (2:1) تركيز المعدني القيادة في عينات من الشامبو المسمى أ، ب، و ج الحصول على التوالي من 7,383 ملغم / لتر و 2,974 ملغم / لتر و 7,137 ملغم / ل.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Berhias merupakan sesuatu yang sering dilakukan oleh wanita. Hukum dari berhias sendiri adalah mubah (diperbolehkan) seperti yang dijelaskan dalam Al Quran surat Al-A'raf ayat 32 sebagai berikut :

قُلْ مَنْ حَرَّمَ زِينَةَ اللَّهِ الَّتِي أَخْرَجَ لِعِبَادِهِ وَالطَّيِّبَاتِ مِنَ الرِّزْقِ قُلْ هِيَ لِلَّذِينَ آمَنُوا فِي الْحَيَاةِ الدُّنْيَا
 خَالِصَةً يَوْمَ الْقِيَامَةِ كَذَلِكَ نُفَصِّلُ الْآيَاتِ 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 (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.”

Ayat diatas dijelaskan dalam Tafsir Ibnu Katsir merupakan bantahan terhadap orang-orang yang mengharamkan beberapa rizki (makanan, minuman, dan lain-lain) dan perhiasan berdasarkan pendapatnya sendiri bukan menurut ketentuan syariat islam. Perhiasan yang disediakan oleh Allah bagi orang-orang yang beriman dan beribadah kepada-NYA (Abdullah, 2006). Allah SWT membolehkan hamba-NYA menggunakan sesuatu yang bagus di dunia ini seperti berhias. Berhias yang dilakukan oleh para wanita biasanya menggunakan produk kosmetik. Kosmetik sendiri berfungsi untuk mempercantik penampilan tubuh (Tranggono dan Latifah, 2007). Banyaknya produk kosmetik yang beredar

dimasyarakat dari produk lokal sampai import. Salah satu produk kosmetik yang seringkali digunakan baik oleh wanita maupun pria yaitu sampo.

Sampo banyak dikenal sebagai pembersih yang dipakai untuk membersihkan rambut. Rambut yang tidak dibersihkan akan tampak kusam, kasar dan kering sehingga sukar ditata atau disisir (Wasitaatmadja, 1997). Setiap sampo mempunyai fungsi, seperti menghilangkan ketombe, mengurangi rambut rontok dan lain-lain. Ketombe pada kulit dapat mengganggu pertumbuhan rambut secara normal dan sering kali mengalami kerontokan rambut. Ketombe pada rambut dapat disebabkan oleh banyak hal, salah satunya adanya kandungan timbal (Pb) yang terdapat pada sampo (Faruruwa dan Stephen, 2014).

Logam timbal (Pb) berwarna abu-abu mempunyai titik didih 1740 °C dan titik lelehnya 328 °C (Widowati, 2008). Penambahan logam timbal (Pb) dalam pada sampo berfungsi untuk sediaan warna dalam sampo. Warna sampo dimungkinkan berasal dari garam anorganik yaitu $PbCrO_4$ untuk warna kuning, PbS untuk warna hitam dan $PbCl_2$ untuk putih (Jaya, dkk., 2013). Proses masuknya logam timbal (Pb) ke dalam akar rambut (*papil*) akan meresap ke dalam pembuluh darah sehingga logam timbal (Pb) tersebut akan terikat dan diserap oleh pembuluh darah rambut (Gunandjar, 1985). Kandungan Pb dalam sampo yang memenuhi syarat yang ditetapkan oleh Badan Pengawasan Obat dan Makanan Republik Indonesia 2014 yaitu tidak lebih dari 20 mg/L (Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia, 2014). Apabila kadar logam timbal (Pb) yang ada pada sampo melebihi standar yang telah ditentukan dan digunakan secara berulang-ulang akan menimbulkan keracunan kronis dalam jangka waktu yang

panjang. Keracunan kronis pada logam timbal (Pb) dapat melalui lapisan kulit yang menyebabkan anemia, kemandulan dan kerusakan syaraf (Widowati, 2008).

Salah satu metode untuk menentukan kadar logam timbal (Pb) yaitu metode Spektroskopi Serapan Atom. Spektroskopi Serapan Atom merupakan suatu metode analisis secara kuantitatif yang pengukurannya berdasarkan penyerapan pada panjang gelombang tertentu oleh atom logam (Skoog, 2000). Metode ini umumnya digunakan untuk analisis logam dalam bentuk atom-atom. Kelebihan menggunakan metode Spektroskopi Serapan Atom yaitu untuk menganalisis sampel dalam jumlah sedikit karena mempunyai kepekaan, ketelitian dan selektivitas yang sangat tinggi (Gunandjar, 1985).

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini terlebih dahulu dilakukan preparasi untuk mengubah bentuk analit menjadi bentuk yang dapat diukur. Preparasi sampel dapat dilakukan menggunakan metode destruksi. Destruksi merupakan metode untuk melarutkan sampel menjadi suatu materi atau unsur-unsur yang dapat diukur dan dianalisis. Destruksi terdiri dari destruksi basah dan destruksi kering. Destruksi basah dilakukan dengan cara melarutkan sampel dengan asam kuat yang bersifat sebagai zat oksidator dan pemanasan sampai larutan menjadi setengah dari volume awal. Metode destruksi basah lebih baik daripada destruksi kering karena tidak banyak bahan yang hilang dengan menggunakan suhu yang rendah (Nielsen, 2010). Destruksi membutuhkan zat pengoksidasi seperti HNO_3 , HClO_4 , H_2SO_4 , H_2O_2 , dan HCl agar sampel yang digunakan dapat mengoksidasi dari senyawa menjadi unsur yang dapat diteliti.

Zat pengoksidasi yang digunakan dalam penelitian ini adalah asam nitrat (HNO_3) dan campuran HNO_3 dengan HClO_4 . Asam nitrat merupakan zat

pengoksidasi biasa digunakan karena memberikan hasil destruksi terbaik dibandingkan zat pengoksidasi lainnya (Patnaik, 2004). Asam perklorat merupakan asam yang bersifat oksidator kuat terhadap sampel (Nielsen, 2010). Menurut Jaya, dkk (2013) penggunaan zat pengoksidasi HNO_3 pekat 10 mL menghasilkan kadar logam timbal (Pb) sebesar 0,0192 ppm (pink); 0,0255 ppm (kuning); 0,0062 ppm (biru) dan 0,0133 ppm (hijau). Penelitian selanjutnya yang dilakukan oleh Umar dan Caleb (2013) menganalisis logam timbal (Pb) dalam sampo di Nigeria menggunakan zat pengoksidasi HNO_3 p.a dan HClO_4 p.a dengan komposisi 3:1. Hasil kadar logam Pb yang diperoleh pada penelitian tersebut sebesar 0,45 $\mu\text{g/g}$. Sama halnya dalam penelitian Chauhan, dkk (2010) yaitu menganalisis logam timbal dalam sampo menggunakan zat pengoksidasi HNO_3 dan HClO_4 (3:1). Hasil kadar logam Pb yang diperoleh sebesar 1,19 $\mu\text{g/g}$ (Brand-A), 1,59 $\mu\text{g/g}$ (Brand-B) dan 0,96 $\mu\text{g/g}$ (Brand-C). Sedangkan dalam penelitian yang dilakukan oleh Ullah, dkk (2013) yaitu untuk menganalisis logam timbal dalam sampo di Pakistan menggunakan zat pengoksidasi HNO_3 dan HClO_4 perbandingan 4:1. Hasil penelitiannya menunjukkan kadar logam Pb yang diperoleh sebesar 3,322 $\mu\text{g/g}$ (Damman), 1,782 $\mu\text{g/g}$ (Dubai) dan 2,30 $\mu\text{g/g}$ (Pakistan) (Ullah dkk, 2013).

Berdasarkan latar belakang masalah tersebut, maka penelitian ini akan membandingkan antara destruksi basah terbuka dan destruksi basah tertutup menggunakan refluks dengan zat pengoksidasi yaitu asam nitrat pekat dan campuran asam nitrat dengan asam perklorat menggunakan variasi volume yaitu HNO_3 p.a. : HClO_4 p.a (2:1), (3:1), (4:1) dan (5:1) dengan menggunakan metode Spektrofotometri Serapan Atom. Selain itu, penelitian ini dilakukan untuk mengetahui kadar Pb pada sampo dengan perbedaan jumlah zat pengoksidasi dan

variasi warna menggunakan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) yang dapat diketahui kelayakan dari sampo tersebut untuk digunakan oleh masyarakat.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas, penulis mempunyai beberapa rumusan masalah diantaranya :

1. Apa metode destruksi basah dan zat pengoksidasi terbaik yang digunakan untuk menganalisa logam Pb dalam sampo ?
2. Berapa kadar timbal (Pb) pada tiap sampel sampo dengan menggunakan metode destruksi basah dengan variasi zat pengoksidasi HClO_4 dan HNO_3 terbaik pada penelitian ini ?

1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penulisan proposal penelitian ini adalah untuk :

1. Mengetahui metode destruksi basah dan zat pengoksidasi terbaik yang digunakan untuk menganalisa logam Pb dalam sampo.
2. Mengetahui kadar timbal (Pb) pada tiap sampel sampo dengan menggunakan metode destruksi basah dengan variasi zat pengoksidasi HClO_4 dan HNO_3 terbaik pada penelitian ini.

1.4 Batasan Masalah

Agar pembahasan tidak menyimpang dari tujuan, maka penulis menentukan batasan masalah sebagai berikut :

1. Sampo yang digunakan warna hitam, kuning dan putih dalam merek dan tahun kadaluwarsa yang sama.
2. Zat Pengoksidasi yang digunakan adalah HNO_3 , $\text{HNO}_3 : \text{HClO}_4$ (2:1), $\text{HNO}_3 : \text{HClO}_4$ (3:1), $\text{HNO}_3 : \text{HClO}_4$ (4:1) dan $\text{HNO}_3 : \text{HClO}_4$ (5:1).
3. Metode yang digunakan menggunakan destruksi tertutup (refluks) dan destruksi terbuka.

1.5 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini adalah :

1. Menambah informasi tentang besarnya kadar logam timbal (Pb) yang terkandung dalam sampo.
2. Memberikan wawasan informasi tentang metode destruksi terbaik dalam pengukuran kadar logam Pb pada sampo.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Sampo

2.1.1 Pengertian Sampo dan Fungsi

Sampo merupakan salah satu kosmetik pembersih rambut dan kulit kepala dari segala macam kotoran, baik yang berupa minyak, debu, sel – sel yang sudah mati dan sebagainya (Tranggono dan Latifah, 2014). Sedangkan sampo adalah kosmetik yang berfungsi untuk mencuci rambut dan kulit kepala yang terbuat dari campuran tumbuhan / zat kimia (Alwi, 2002).

2.1.2 Kandungan Sampo

Umumnya suatu sampo terdiri dari bahan utama dan bahan tambahan. Bahan utama yang sering digunakan adalah deterjen, yang biasanya dapat membentuk busa, dan bersifat membersihkan. Sedangkan bahan tambahan digunakan untuk mempertinggi daya kerja sampo supaya dapat bekerja secara aman pada kulit kepala, tidak menimbulkan kerontokan, memiliki viskositas yang baik, busa yang cukup, pH yang stabil dan kerontokan, memiliki viskositas yang baik, busa yang cukup, pH yang stabil dan dapat mengoptimalkan kerja deterjen dalam membersihkan kotoran, sehingga menjadi sediaan sampo yang aman dalam penggunaannya dan sesuai dengan keinginan konsumen (Mottram, 2000).

Bahan-bahan yang terkandung dalam sampo, sebagai berikut (Tranggono dan Latifah, 2014) :

1. Deterjen dan Surfaktan

Adapun jenis-jenis deterjen, yaitu (Tranggono, R.I.S dan Latifah, F,2014) :

a. Anionik deterjen

Biasanya yang sering digunakan yaitu *sodium lauryl sulfate* yang mempunyai daya pembersih yang kuat dengan harga yang murah.

b. Kationik deterjen

Mempunyai daya pembasahan yang kuat, tetapi daya pembersihannya kurang baik seperti, *sodium tallow soap*. Serta tidak pernah dicampur dengan anionik deterjen karena akan menonaktifkannya.

c. Amphoterik deterjen.

Senyawa yang digunakan yaitu *triethanolamine-lauryl-beta-aminopropionate*.

d. Nonionik deterjen

Asam lemak *monodiethanolamide* merupakan bahan dasar tambahan yang jarang digunakan karena mengandung sedikit busa dan harganya juga mahal.

2. Bahan pendispersi Garam Kalsium

Tujuan pemakaian bahan ini adalah untuk mencegah pengendapan garam kalsium yang akan menyebabkan rambut menjadi buram dan lengket.

Misalnya : produk-produk kondensasi *alylolamine fatty acid*.

3. Bahan Pengikat Ion (*Sequestering Agents*)

Merupakan bahan yang mencegah terjadinya pengendapan garam-garam magnesium dan kalsium dengan jalan mengikat ion Ca dan Mg.

4. Bahan Pelarut Deterjen

Sifat dari deterjen yaitu tidak mudah larut dengan air sehingga diperlukan bahan pelarut deterjen seperti alkohol.

5. Bahan Pengental

Bahan yang digunakan yaitu gums, polyvinyl alcohol, dan methylselulosa.

6. Bahan Pembentukan dan Penstabilan Busa

Amida-amida asam lemak biasanya digunakan sebagai bahan pengental.

7. Bahan Pencermelang Rambut

Fatty alcohol biasanya digunakan untuk bahan pencermelang rambut.

8. Bahan Pelembab Rambut dan Kulit kepala

Lanolin merupakan bahan tambahan yang digunakan untuk bahan pelembab rambut.

9. Bahan Pengawet

Bahan pengawet yang digunakan yaitu *formaldehyde*.

10. Bahan Aktif (jika ada)

Sampo yang memiliki fungsi untuk anti ketombe dapat menggunakan bahan *Selenium Sulfide* 1-2,5%.

2.2 Logam Berat Timbal (Pb)

2.2.1 Karakteristik Logam Berat Timbal (Pb)

Logam timbal (Pb) adalah logam berat yang secara alami terdapat dalam kerak bumi. Namun timbal juga bias berasal dari kegiatan manusia bahkan

mampu mencapai jumlah 300 kali lebih banyak dibandingkan timbal (Pb) alami. Melalui proses geologi, timbal terkonsentrasi dalam deposit bijih logam. Pada umumnya, timbal berasosiasi dengan Zn, Cu, dan As. Bijih logam yang pada mulanya diperoleh dari hasil penambangan mengandung sekitar 3 – 10 %, kemudian dipekatkan lagi hingga 40 % sehingga diperoleh logam timbal murni. Timbal (Pb) di alam dalam bentuk batuan galena (PbS), sensate (PbCO₃), dan alglesit (PbSO₄) (Widowati, 2008).

Timbal (Pb) merupakan suatu unsur dalam tabel periodik yang memiliki lambang Pb dan nomor atom 82. Lambangnya diambil dari bahasa latin *plumbum*. Logam ini termasuk dalam kelompok logam-logam golongan IV-A pada tabel periodik unsur kimia. Mempunyai nomor atom 82 dengan bobot 207,2. Logam timbal (Pb) berbentuk padat yang tahan korosi, berwarna putih-kebiruan mengkilap, lunak, memiliki kerapatan yang besar, mudah ditempa, dan mempunyai titik lebur rendah sekitar 327,5°C, titik didih 1740°C, serta sebagai penghantar listrik yang baik (Cahyadi, 2004).

Logam timbal apabila dicampur dengan logam lain akan terbentuk logam campuran yang lebih bagus daripada logam murninya. Biasanya digunakan untuk melapisi logam agar tidak timbul pengkaratan (Widowati, 2008). Unsur timbal digunakan dalam bidang industri modern untuk pembuatan pipa air yang tahan terhadap korosi. Pigmen timbal digunakan sebagai pembuatan cat, baterai, dan campuran bahan bakar bensin (Herman, 2006).

2.2.2 Toksisitas Logam Berat Timbal (Pb)

Timbal di dalam tubuh bisa menghambat aktivitas enzim yang terlibat dalam pembentukan hemoglobin dan sebagian kecil timbal dieksresikan lewat urin atau feses karena sebagian terikat oleh protein, sedangkan sebagian lagi terakumulasi dalam ginjal, hati, kuku, jaringan lemak, dan rambut (Widowati, 2008). Jaringan atau organ tubuh, timbal juga akan terakumulasi pada tulang, karena logam ini dalam bentuk ion Pb^{2+} mampu menggantikan keberadaan ion Ca^{2+} (kalsium) yang terdapat dalam jaringan tulang. Selain itu, untuk wanita hamil timbal dapat melewati plasenta dan kemudian akan ikut masuk dalam sistem peredaran darah janin dan selanjutnya setelah bayi lahir, timbal akan dikeluarkan bersama air susu (Palar, 2004).

Timbal bersifat kumulatif. Mekanisme toksisitas timbal berdasarkan organ yang dipengaruhi (Widowati, 2008) adalah:

- Sistem haemopoietik; menghambat sistem pembentukan hemoglobin (Hb) sehingga menyebabkan anemia.
- Sistem saraf; menimbulkan kerusakan otak dengan gejala epilepsi, halusinasi, kerusakan otak besar, dan delirium.
- Sistem urinaria; menyebabkan lesi tubulus proksimalis, *loop of Henle*, serta menyebabkan aminosiduria.
- Sistem kardiovaskular; menyebabkan peningkatan permeabilitas pembuluh darah.
- Sistem endokrin; mengakibatkan gangguan fungsi tiroid dan fungsi adrenal.

Toksisitas timbal bersifat kronis dan akut. Toksisitas kronis sering dijumpai pada pekerja tambang dan pabrik pemurnian logam., pabrik mobil,

pembuatan baterai , pelapisan logam dan pengecatan. Paparan timbal secara kronis bisa menyebabkan kelelahan, lesu, gangguan iritabilitas, kehilangan libido, gangguan menstruasi, depresi, sakit kepala, sulit konsentrasi dan sulit tidur. Toksisitas akut bisa terjadi jika timbal masuk ke dalam tubuh seseorang melalui makanan/menghirup gas timbal dalam waktu yang relatif pendek dengan dosis atau kadar yang relative tinggi. Gejala dan tanda klinis akibat paparan timbal secara akut bisa menimbulkan gejala sebagai berikut (Widowati, 2008) :

- Gangguan gastrointestinal
Seperti kram perut yang biasanya diawali dengan sembelit, mutah-mutah dan perut sakit yang hebat.
- Gangguan neurologi
Berupa sakit kepala, bingung/pikiran kacau, sering pingsan dan koma.
- Gangguan fungsi ginjal dan gagal ginjal yang akut bisa berkembang secara pesat.

2.2.3 Penelitian Tentang Kandungan Logam Berat Timbal (Pb) dalam Kosmetik

Penelitian sebelumnya oleh Jaya, dkk (2013), preparasi sampel yang dilakukan menggunakan destruksi basah dengan pengoksidasi HNO_3 pekat. Hasil kadar logam Pb yang diperoleh pada penelitian tersebut sebesar 0,0192 ppm (pink); 0,0255 ppm (kuning); 0,0062 ppm (biru) dan 0,0133 ppm (hijau). Sedangkan penelitian Umar dan Caleb (2013) menganalisis sampel sampo di Nigeria. Preparasi sampel menggunakan HNO_3 p.a dengan HClO_4 p.a (3:1) menggunakan destruksi basah. Hasil kadar logam Pb yang diperoleh pada penelitian tersebut sebesar 0,45 $\mu\text{g/g}$.

Penelitian Ullah, dkk (2013) menggunakan metode destruksi basah tertutup dengan pengoksidasi HNO_3 dan HClO_4 perbandingan 4:1. Sampel yang digunakan dengan merek yang sama namun tempat pengambilan sampel dan waktu kadarluarsa berbeda. Daerah yang digunakan pengambilan sampel adalah Damman, Dubai dan Pakistan Karachi. Hasil kadar logam Pb dalam shampoo sebesar $3,322 \mu\text{g/g}$ (Damman), $1,782 \mu\text{g/g}$ (Dubai) dan $2,30 \mu\text{g/g}$ (Pakistan). Sedangkan logam Pb dalam lipstik sebesar $11,2 \mu\text{g/g}$ (Tokyo), $2,584 \mu\text{g/g}$ dan $11,33 \mu\text{g/g}$ (Pakistan) kemudian logam Pb dalam bedak sebesar $2,325 \mu\text{g/g}$ (India), $3,105 \mu\text{g/g}$ (India) dan $3,975 \mu\text{g/g}$. Selanjutnya logam Pb dalam cream diperoleh sebesar $3,708 \mu\text{g/g}$ (Dubai), $1,841 \mu\text{g/g}$ (India) dan $1,741 \mu\text{g/g}$ (Pakistan).

Penelitian yang dilakukan oleh Chauhan, dkk (2010) menggunakan metode destruksi basah dengan pengoksidasi HNO_3 dan HCl (3:1). Hasil kadar logam Pb dalam sampo diperoleh sebesar $1,19 \mu\text{g/g}$ (Brand-A), $1,59 \mu\text{g/g}$ (Brand-B) dan $0,96 \mu\text{g/g}$ (Brand-C) kemudian dalam krim wajah diperoleh logam Pb sebesar $0,03 \mu\text{g/g}$, $0,05 \mu\text{g/g}$ dan $0,07 \mu\text{g/g}$. logam Pb dalam krim pencukur diperoleh $0,69 \mu\text{g/g}$, $0,66 \mu\text{g/g}$ dan $0,72 \mu\text{g/g}$.

Penelitian Kamal, dkk (2013) menggunakan sampel dalam bentuk dan warna yang sama tetapi 4 merek yang berbeda. Hasil analisis menunjukkan kadar logam Pb dengan merek A, B, C dan D sebesar $16,134 \pm 0,6658 \text{ ug/g}$; $16,134 \pm 1,0508 \text{ ug/g}$; $1,0187 \pm 0,0638 \text{ ug/g}$ dan $1,0732 \pm 0,3485 \text{ ug/g}$.

2.3 Destruksi

Destruksi merupakan suatu perlakuan pemecahan senyawa menjadi unsur-unsurnya sehingga mudah dianalisis. Istilah destruksi ini juga dapat disebut perombakan senyawa dari bentuk organik menjadi logam-logam bentuk anorganik. Pada dasarnya ada dua jenis destruksi yaitu destruksi kering kering (oksida kering) dan destruksi basah (oksida basah) (Kristianingrum, 2012).

2.3.1 Destruksi Kering

Destruksi kering adalah perombakan organik logam di dalam sampel menjadi logam-logam anorganik dengan jalan pengabuan sampel dalam *Imuffle furnace* dan memerlukan suatu pemanasan tertentu. Umumnya dalam destruksi kering ini di butuhkan suhu pemanasan antara 400 - 800 °C tetapi suhu ini sangat tergantung pada jenis sampel yang dianalisis (Raimon, 1993).

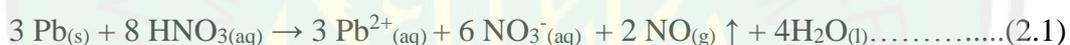
2.3.2 Destruksi Basah

Destruksi basah adalah perombakan sampel dengan asam-asam kuat baik tunggal maupun campuran, kemudian dioksidasi dengan menggunakan zat oksidator. Pelarut-pelarut yang digunakan untuk destruksi basah antara lain asam nitrat, asam sulfat, asam perklorat dan asam klorida. Semua pelarut tersebut dapat digunakan baik tunggal maupun campuran. Kesempurnaan destruksi ditandai dengan diperolehnya larutan jenis pada larutan destruksi yang menunjukkan bahwa semua kostituen yang telah larut sempurna (Raimon, 1993).

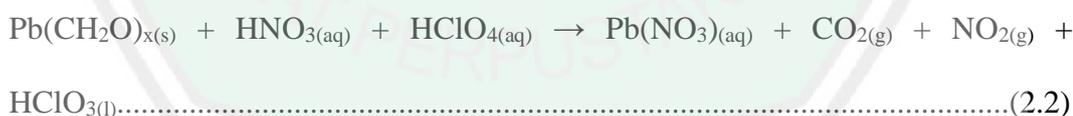
Menurut Sumardi (1981), metode destruksi basah lebih baik daripada destruksi kering karena tidak banyak bahan yang hilang pada suhu pengabuan yang sangat tinggi. Hal ini merupakan salah satu faktor bahwa destruksi basah sering dilakukan oleh peneliti. Disamping itu, destruksi dengan cara basah

biasanya dilakukan untuk memperbaiki cara kering yang memerlukan waktu yang lama.

Larutan asam yang digunakan pada destruksi basah dapat berupa asam nitrat dan asam perklorat. Asam nitrat pekat merupakan larutan pengoksidasi yang biasa digunakan untuk melarutkan atau melepaskan unsur logam umum kecuali aluminium, kromium, gallium, indium, dan thorium karena unsur-unsur tersebut larut sangat lambat sehingga logam umum yang diteliti memutuskan dengan ikatannya. Asam perklorat pekat yang panas merupakan agen pengoksidasi dan pelarut yang baik untuk menyerang logam berat (Namik, 2006). Berikut ini reaksi yang terjadi pada logam timbal dan asam nitrat yaitu (Svehla, 1990) :



Penggabungan asam kuat pada destruksi basah untuk menutupi kelemahannya. Pemilihan kombinasi asam kuat dan perbandingan jumlah asam kuat nserta cara kerjanya sangat tergantung pada jenis bahan yang akan didestruksi (Andarwulan, 2011). Berikut ini reaksi kombinasi asam kuat dengan logam timbal adalah (Sukesi, 2013) :



Terdapat dua macam destruksi basah yaitu basah terbuka dan basah tertutup. Destruksi basah terbuka yaitu campuran sampel dan reagen asam dipanaskan secara terbuka dengan hot plate. Sedangkan destruksi basah tertutup yaitu reaksi pelarutan dan pemecahan dilakukan dalam wadah tertutup yang lebih aman terhadap penguapan dan pemuaiian dari bahan (Namik, 2006).

Destruksi basah menggunakan pemanasan di atas *hotplate* dengan suhu yang telah ditentukan dengan penambahan zat pengoksidasi asam-asam kuat. Apabila penambahan sampel dengan zat pengoksidasi kemudian dipanaskan pada temperatur yang cukup tinggi secara kontinyu pada waktu yang cukup lama maka sampel dapat teroksidasi sempurna dan meninggalkan elemen anorganik yang sesuai untuk dianalisis (Anderson, 1987).

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

2.4 Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

2.4.1 Prinsip Kerja Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Metode Spektroskopi Serapan Atom ini berprinsip terhadap absorpsi cahaya oleh atom-atom. Atom-atom menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat unsurnya. Cahaya pada panjang gelombang tertentu mempunyai cukup energi untuk mengubah tingkat elektron suatu atom. Adanya absorpsi energi, berarti suatu atom pada keadaan dasar dinaikan pada keadaan eksitasi (Khopkar, 2008).

Tiap panjang gelombang menghasilkan hasil garis spektrum yang tajam dengan intensitas maksimum biasanya disebut dengan garis resonansi. Spektrum atom untuk masing-masing unsur terdiri dari garis-garis resonansi. Garis-garis lain

yang bukan garis resonansi dapat berupa spektrum yang berasosiasi dengan tingkat energi molekuler, biasanya berupa pita-pita lebar (Khopkar, 2008).

Keberhasilan analisis tergantung dari proses eksitasi dan cara memperoleh garis resonansi yang tepat. Temperatur yang digunakan harus sangat tinggi. Berikut ini macam-macam temperatur nyala yang digunakan, sebagai berikut (Khopkar, 2008) :

Tabel 2.1 Temperatur Nyala

Bahan Bakar	Oksidan Udara	Oksidasi Oksigen	N ₃ O
Hidrogen	2100	2770	-
Asetilen	2200	3050	N ₂ O
Propana	1950	2500	-

Metode ini sangat tepat untuk analisis zat pada konsentrasi rendah serta mempunyai beberapa kelebihan seperti mempunyai kepekaan yang tinggi. Selain itu, unsur-unsur dengan energi eksitasi rendah dapat dianalisis dengan fotometri nyala, akan tetapi tidak cocok untuk energi eksitasi tinggi. Fotometri nyala memiliki range ukuran yang optimum pada panjang gelombang 400 – 800 nm. Sedangkan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) mempunyai range ukuran optimum pada panjang gelombang 200 – 300 nm (Skoog dkk, 2000).

2.4.2 Cara Kerja Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Setiap alat Spektroskopi Serapan Atom mempunyai tiga komponen ini, yaitu (Khopkar, 2008) :

- a. Unit atomisasi
- b. Sumber radiasi
- c. Sistem pengukur fotometrik

Atomisasi dapat dilakukan baik dengan nyala maupun dengan tungku. Untuk mengubah unsur metalik menjadi uap atau hasil disosiasi diperlukan energi panas. Temperatur harus benar-benar terkendali dengan sangat hati-hati agar proses atomisasi sempurna. Bahan bakar dan gas oksidator dimasukkan dalam kamar pencampur sehingga menghasilkan ledakan. Sehingga lebih mudah disukai pembakar dengan lubang yang sempit dengan aliran gas pembakar serta oksidator yang sesuai. Temperatur yang sangat tinggi biasanya digunakan NO dengan perbandingan 2:1 karena banyaknya interferensi dan efek nyala yang tersedot balik. Pada tungku grafit temperatur dikendalikan, biasanya dinaikan secara bertahap untuk menguapkan senyawa yang dianalisis (Khopkar, 2008).

Seperangkat sumber yang dapat memberikan garis emisi yang tajam dari suatu unsur yang spesifik biasanya disebut lampu pijar *hollow cathode*. Lampu ini memiliki dua elektroda, satu diantaranya berbentuk silinder dan satunya terbuat dari unsur yang sama dengan unsur yang dianalisis. Lampu ini diisi dengan gas mulia dengan bertekanan rendah. Adanya pemberian tegangan tertentu, logam mulai memijar dan atom-atom katodanya akan meruapkan dengan pemercikan. Atom akan tereksitasi kemudian mengemisikan radiasi pada panjang gelombang tertentu. Suatu garis yang ingin diisolasi dengan unsur monokrom. Tinggi puncak diukur pada garis absorbansi dan garis emisi mempunyai lebar yang sama (Khopkar, 2008).

Panjang gelombang yang digunakan untuk analisis timbal (Pb) sangat bervariasi dari range kurva yang diinginkan. Berikut ini pemilihan panjang gelombang yang optimum untuk timbal (Pb) pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Panjang Gelombang Optimum Untuk Timbal (Pb)

Panjang Gelombang (nm)	Lebar Celah (nm)	Range Kerja Optimum ($\mu\text{g/mL}$)
217	1,0	0,1 – 3,0
283,3	0,5	0,5 – 50
261,4	0,5	5 – 800
202,2	0,5	7 – 1000
205,3	0,5	50 – 8000

Adapun hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi diturunkan dari (Day dan Underwood, 1989) :

a. Hukum *Lambert*

Bila suatu sumber sinar monokromatik melewati medium transparan, maka intensitas sinar yang diteruskan berkurang dengan bertambahnya ketebalan medium yang mengabsorpsi.

b. Hukum *Beer*

Intensitas sinar yang diteruskan berkurang secara eksponensial dengan bertambahnya konsentrasi spesi yang menyerap sinar tersebut. Dari kedua hukum tersebut diperoleh suatu persamaan :

$$A = a.b.c \quad \dots\dots\dots(2.4)$$

Dimana:

A = absorbansi

a = absortivitas molar

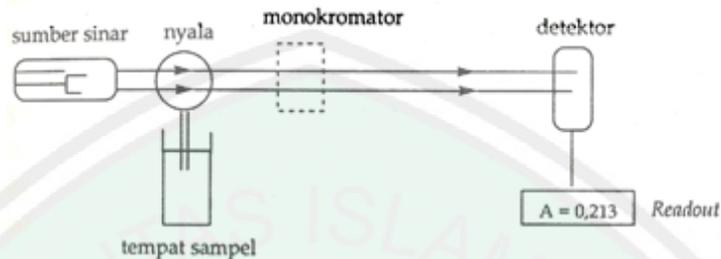
b = panjang medium

c = konsentrasi atom-atom yang menyerap sinar

Dari persamaan di atas, dapat disimpulkan bahwa absorbansi cahaya berbanding lurus dengan konsentrasi atom (Day dan Underwood, 1989).

2.4.3 Instrumentasi Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Adapun bagian-bagian dari Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) sebagai berikut (Rohman, 2007) :



Gambar 2.1 Komponen Spektroskopi Serapan Atom

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.

b. Tempat Sampel dan Nyala

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

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

c. Monokromator

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

d. Detektor

Detektor digunakan untuk mengukur intensitas cahaya yang melalui tempat pengatoman.

e. Recorder

Recorder merupakan suatu alat penunjuk atau dapat juga diartikan sebagai pencatat hasil. Hasil pembacaan dapat berupa angka atau berupa kurva yang menggambarkan absorbansi atau intensitas emisi.

Adapun gangguan-gangguan yang dapat terjadi dalam spektrofotometer serapan atom adalah sebagai berikut (Rohman, 2007) :

- a. Gangguan yang berasal dari matriks sampel yang mana dapat mempengaruhi banyaknya sampel yang mencapai nyala.
- b. Gangguan kimia yang dapat mempengaruhi jumlah atau banyaknya atom yang terjadi dalam nyala.

2.5 Uji *Two Way Anova*

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

Analisis variasi *two way annova* digunakan bila sumber keragaman yang terjadi tidak hanya karena satu faktor perlakuan. Faktor lain yang mungkin menjadi sumber keragaman respon juga harus diperhatikan. Menggunakan variasi ini maka dapat membandingkan beberapa rata-rata yang berasal dari beberapa kategori/ kelompok untuk satu variable perlakuan. Analisis *annova* dapat diketahui dengan melihat hasil sebagai berikut :

1. H_0 diterima jika $F_{hitung} < F_{tabel}$ dan H_0 ditolak jika $F_{hitung} > F_{tabel}$.
2. H_0 ditolak jika $sig < \alpha$ dan H_0 diterima jika $sig > \alpha$

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

2.6 Hukum Menggunakan Kosmetik dalam Islam

Hukum dari berhias sendiri adalah mubah (diperbolehkan) seperti yang dijelaskan dalam Al Quran surat Al-A'raf ayat 32. Ayat tersebut menjelaskan bahwa Allah memperbolehkan bagi hamba-NYA yang beriman segala sesuatu yang bagus dalam kehidupan dunia dan memperbolehkan bersenang-senang dengan segala sesuatu yang ada didunia ini. Sebagaimana Allah menunjukkan bahwa hukum makanan, minuman dan pakaian adalah mubah. Sehingga dapat disimpulkan bahwa hukum wanita yang berhias dengan menggunakan hiasan adalah diperbolehkan selama memenuhi syariat Allah (Siddiq, 2000).

Allah memerintahkan kepada Rasulullah agar menyampaikan kepada umat-NYA, bahwa berhias dan berdandan dengan pakaian yang bagus dan indah diperbolehkan bagi orang-orang yang beriman. Orang-orang yang berdandan dan berpakaian bagus adalah terhormat dan terpuji asal berdandan dengan niat baik bukan untuk menyombongkan diri. Orang-orang mukmin berhak untuk mendapatkan hidup bahagia menikmati segala macam pemberian yang baik dan halal selama hidup di dunia ini (Tim Tasbih Departemen Agama, 1990). Ulama ahli ushul fiqh menyatakan bahwa dasar hukum segala sesuatu itu adalah sampai datang dalil yang merubah hukum menjadi haram. Allah memperbolehkan hamba-NYA yang beriman melakukan sesuatu yang bagus (seperti hiasan) dan bermanfaat menurut syariat islam. Sehingga dapat diketahui bahwa hukum menggunakan perhiasan adalah diperbolehkan (mubah) selama tidak melanggar syariat islam. Adapun hal-hal yang menjadikan berhias itu haram, yaitu (Al Anwar, 2013) :

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

Al-Barudi Syeikh Imad Zaki (2006) menyatakan bahwa hiasan itu ada dua yaitu hiasan yang haram dan hiasan yang mubah. Sebagaimana berhias mubah pun memiliki aturan-aturan yang harus dipenuhi oleh wanita. Yakni hendaknya berdandan tidak dilihat kecuali oleh suaminya, mahramnya dan wanita mukminah. Berhias yang menjadi haram seperti mencukur alis, menyambung rambut, mentato, dan merenggakan gigi. Sedangkan berhias yang mempunyai hukum mubah yaitu celak, minyak wangi, bersisir, dan semir.

Islam juga memberikan batasan dalam persoalan berhias diri. Batasan tersebut tersirat dalam firman Allah SWT Surat Al-Ahzab ayat 33, sebagai berikut:

وَقَرْنَ فِي بُيُوتِكُنَّ وَلَا تَبَرَّجْنَ تَبَرُّجَ الْجَاهِلِيَّةِ الْأُولَىٰ وَأَقِمْنَ الصَّلَاةَ وَآتِينَ الزَّكَاةَ وَأَطِعْنَ اللَّهَ وَرَسُولَهُ إِنَّمَا يُرِيدُ اللَّهُ لِيُذْهِبَ عَنْكُمُ الرِّجْسَ أَهْلَ الْبَيْتِ 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. Sesungguhnya Allah bermaksud hendak menghilangkan dosa dari kamu, hai ahlul bait dan membersihkan kamu sebersih-bersihnya.”

Menurut Syeikh Yusuf al-Qardhawi bahwa perempuan tidak akan dikatakan tabarruj, apabila memenuhi hal-hal sebagai berikut :

- Menundukkan pandangan, sebab perhiasan perempuan yang termahal adalah rasa malu, sedang bentuk malu yang lebih tegas ialah menundukkan pandangan. Seperti yang difirmankan Allah, “Katakanlah kepada orang-orang mukmin perempuan hendaklah mereka itu menundukkan sebagian pandangannya”.
- Tidak bergaul bebas sehingga terjadi persentuhan antara laki-laki dengan perempuan, seperti yang biasa terjadi di gedung-gedung bioskop, ruangan-ruangan kuliah, perguruan-perguruan tinggi, kendaraan-kendaraan umum di zaman sekarang ini. Sebab Ma’qil bin Yasar meriwayatkan bahwa Rasulullah saw pernah bersabda: “Sungguh kepala salah seorang di antara kamu ditusuk dengan jarum dari besi, lebih baik daripada dia menyentuh seorang perempuan yang tidak halal baginya.” (HR. Thabrani, Baihaqi).
- Pakaiannya harus selaras dengan tata kesopanan Islam. Sedangkan pakaian menurut tata kesopanan Islam memiliki sifat-sifat yakni menutup aurat, tidak ketat atau menampakkan bagian tubuh yang menarik dan tidak transparan.

Sedangkan berkaitan dengan penggunaan kosmetik, Islam tidak menghendaki adanya sesuatu yang membahayakan bagi penggunanya. Dalam sebuah kaidah dijelaskan, sebagai berikut :

الاصل في المنافع الاباحه و في المضار التحريم

“*Al-ashlu fil manafi’ al-ibahah wa fil madlar al-tahrim* “ hukum asal daripada sesuatu yang bermanfaat adalah mubah, sedangkan hukum asal dari sesuatu yang membahayakan adalah terlarang (haram).

Oleh karena itu, kosmetik yang akan digunakan harus sehat dan tidak membahayakan kulit atau diri penggunanya. Kosmetik yang dipilih harus benar-benar aman untuk digunakan serta bukan dari bahan yang dilarang syariat Islam (Muslim Media, 2015).

Kosmetik diperbolehkan apabila menggunakan bahan-bahan alami yang diharamkan. Menurut Departemen Agama dalam KEPMENAG RI No 518 Tahun 2001 Tentang Pemeriksaan dan Penetapan Halal adalah tidak mengandung unsur dan bahan haram atau dilarang untuk dikonsumsi umat Islam dan pengolahannya tidak bertentangan dengan syariat Islam (Departemen Agama, 2001).

Dr. Muzammil H. Siddiqi mengatakan bahwa boleh tidaknya seorang muslimah memakai kosmetik apabila diperbolehkan shalat dalam keadaan menggunakan kosmetik asalkan ia memakainya setelah berwudhu. Namun, harus dipastikan juga kosmetik yang dipakai itu tidak mengandung sesuatu yang diperkirakan tidak bersih dan dilarang dalam Islam (zat haram). Beberapa kosmetik mungkin bisa saja mengandung bahan dari babi dan itu dilarang serta tidak boleh dipakai. Para wanita harus memastikan telah mencuci anggota tubuhnya yang mesti dibasuh oleh air wudhu sebelum memakai lipstik atau kosmetik lainnya. Seorang wanita yang mengabaikan soal wudhu ini hanya gara-gara tidak ingin wudhunya itu mengganggu *make up*-nya maka ia telah berdosa (Muslim Marci, 2013).

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini akan dilaksanakan pada bulan Mei - Juni 2016 di Laboratorium Analisis Kimia 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 adalah neraca analitik merek Kenko, gelas arloji, *hot plate*, penangas air, kertas saring Whatman no 42, lemari asam, seperangkat alat gelas laboratorium, seperangkat alat *refluks*, bola hisap dan seperangkat alat Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).

3.2.2 Bahan

Bahan – bahan yang digunakan adalah sampel sampo dengan satu merek tetapi warna berbeda yaitu warna A, B dan C pada kadarluarsa sama yang diperoleh dari Supermaket di Malang , HNO_3 p.a 65% , HClO_4 p.a 75%, HNO_3 1M aquabides dan tisu secukupnya.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini bersifat kuantitatif menggunakan Rancangan Acak Kelompok (RAK) faktorial yaitu metode pendestruksi dan zat pengoksida. Adapun proses penelitian yang dilakukan adalah ditimbang 2 gram sampel sampo

dengan neraca analitik, sampel yang digunakan adalah sampel sampo dengan satu merk tetapi warna berbeda yaitu label A, B dan C pada kadarluarsa sama. Kemudian dipanaskan pada suhu 100 °C dengan ditambahkan HNO₃ p.a 65% dengan zat pengoksidasi (HClO₄ p.a 75%) kemudian dihomogenkan, sehingga diperoleh larutan jernih. Larutan jernih dimasukkan dalam labu ukur 10 ml (destruksi basah terbuka) dan labu ukur 25 mL (destruksi basah tertutup), ditambahkan HNO₃ 1 M hingga tanda. Selanjutnya larutan yang didapat kemudian diukur dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang 217 nm. Kemudian dilakukan pengulangan sampai 3 kali ulangan. Penetapan kurva baku standar dengan larutan standar Pb(NO₃)₂ konsentrasi 0 mg/L ; 0,1 mg/L ; 0,2 mg/L ; 0,4 mg/L ; 0,8 mg/L ; 1,4 mg/L. Kemudian masing - masing larutan standar diukur absorbansinya dan dibuat kurva absorbansi versus konsentrasi. Data yang diperoleh dianalisis dengan analisis ragam varians ANOVA untuk mengetahui pengaruh warna sampel dan konsentrasi terhadap kadar logam timbal pada sampo.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan-tahapan penelitian ini sebagai berikut:

1. Teknik Pengambilan Sampel
2. Pembuatan Kurva Baku Logam Pb
3. Penentuan Destruksi Basah dan Zat Pengoksidasi yang Terbaik dalam Analisis Logam Timbal (Pb) pada Sampo

4. Analisis Timbal (Pb) pada Variasi Sampel dengan Metode Destruksi Basah yang Terbaik
5. Analisis data

3.5 Cara Kerja

3.5.1 Teknik Pengambilan Sampel

Sampel sampo diambil dari Supermarket di Kota Malang dengan ketentuan adalah sampel sampo dengan satu merek tetapi warna berbeda yaitu label A (hitam), label B (kuning) dan label C (putih) dalam tahun kadaluarsa sama. Kemudian ditimbang masing-masing sampel 20 gram dengan neraca analitik. Setelah itu, sampel dicampur dan dihomogenkan dan dimasukkan dalam wadah. Kemudian diaduk secara merata dan disimpan sampel dalam wadah yang tertutup.

3.5.2 Pembuatan Kurva Baku Standar Logam Timbal (Pb)

Larutan standar $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1000 mg/L dengan merek dagang E-Merek dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL sehingga diperoleh larutan standar Pb 1000 mg/L. Kemudian diambil 1 mL Pb dari larutan Pb 1000 mg/L dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Kemudian di tandabatkan sehingga diperoleh larutan standar Pb 10 mg/L. Kemudian dari larutan 10 mg/L di pipet masing-masing 0 mL; 0,5 mL ; 1 mL ; 2 mL ; 4 mL dan 7 mL dan diencerkan dalam labu ukur 50 mL sampai tanda batas. Kemudian diperoleh larutan standar Pb 0 mg/L ; 0,1 mg/L ; 0,2 mg/L ; 0,4 mg/L ; 0,8 mg/L dan 1,4 mg/L. Larutan standar Pb tersebut dianalisis dengan Spektrometri Serapan Atom (SSA) pada

kondisi optimum sehingga menghasilkan nilai absorbansi tiap standar (Rohman,2007). Dilanjutkan langkah selanjutnya dengan mendestruksi sampel dengan metode yang berbeda.

3.5.3 Penentuan Destruksi Basah dan Zat Pengoksidasi yang Terbaik dalam Analisis Logam Timbal (Pb) pada Sampo

Penelitian ini menggunakan destruksi basah tertutup dan terbuka. Langkah-langkah yang dilakukan destruksi basah tertutup adalah ditimbang 20 gram masing-masing sampel, lalu dicampurkan semua sampel sampai homogen. Diambil 2 gram dari sampel yang sudah homogen. Ditambahkan HNO₃ p.a 65 % dengan variasi pengoksidasi kemudian dihomogenkan. Selanjutnya dipanaskan dengan *refluks* dengan suhu 100 °C larutan menjadi jernih. Kemudian didinginkan sampai suhu kamar. Kemudian disaring menggunakan kertas saring Whatman No.42. Kemudian sampel diencerkan menggunakan HNO₃ 1M dalam labu ukur 25 mL dan ditandabatkan. Kemudian hasilnya dianalisis dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang 217 nm.

Adapun langkah - langkah yang digunakan dengan metode destruksi basah terbuka adalah ditimbang 20 gram masing-masing sampel, lalu dicampurkan semua sampel sampai homogen. Kemudian diambil 2 gram dari sampel yang sudah homogen. Ditambahkan HNO₃ p.a 65% dengan variasi pengoksidasi dan dihomogenkan. Selanjutnya dipanaskan dengan *hot plate* dengan suhu 100°C sampai volume berkurang setengah dari volume semula. Kemudian sampel disaring menggunakan kertas saring Whatman no.42. Kemudian diencerkan dengan HNO₃ 1M dalam labu ukur 10 mL dan ditandabatkan. Kemudian

hasilnya dianalisis dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang 217 nm. Dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali.

Berikut ini variasi zat pengoksida yang digunakan dengan dua metode yang berbeda seperti pada Tabel 3.1

Tabel 3.1 Variasi Zat Pengoksida dan Metode Destruksi

Larutan / Metode	HNO ₃ p.a 65% (mL)	HNO ₃ p.a 65% dan HClO ₄ p.a 75% (2:1) (mL)	HNO ₃ p.a 65% dan HClO ₄ p.a 75% (3:1) (mL)	HNO ₃ p.a 65% dan HClO ₄ p.a 75% (4:1) (mL)	HNO ₃ p.a 65% dan HCl p.a 75% (5:1) (mL)
Destruksi Tertutup	20	(13,3 : 6,7)	(15 : 5)	(16 : 4)	(16,7 : 3,3)
	20	(13,3 : 6,7)	(15 : 5)	(16 : 4)	(16,7 : 3,3)
	20	(13,3 : 6,7)	(15 : 5)	(16 : 4)	(16,7 : 3,3)
Destruksi Terbuka	20	(13,3 : 6,7)	(15 : 5)	(16 : 4)	(16,7 : 3,3)
	20	(13,3 : 6,7)	(15 : 5)	(16 : 4)	(16,7 : 3,3)
	20	(13,3 : 6,7)	(15 : 5)	(16 : 4)	(16,7 : 3,3)

3.5.4 Analisis Logam Timbal (Pb) pada Variasi Sampel dengan Metode Destruksi Basah yang Terbaik

Subbab 3.5.3 menghasilkan destruksi yang terbaik yang dapat digunakan untuk melanjutkan cara kerja selanjutnya. Langkah kerja metode destruksi basah terbaik diatas dilakukan kembali menggunakan pada tiap sampel yang akan dianalisis.

Adapun langkah- langkah yang digunakan dengan metode destruksi basah adalah ditimbang 2 gram sampel, lalu ditambahkan HNO₃ p.a 65% mL dengan zat pengoksida dan dihomogenkan. Selanjutnya dipanaskan dengan suhu 100°C sampai larutan sampel menjadi jernih. Kemudian sampel disaring menggunakan kertas saring Whatman no.42. Kemudian diencerkan dengan HNO₃ 1M dalam labu ukur 25 mL dan ditandabatkan. Kemudian hasilnya dianalisis dengan Spektrofotometri

Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang 217 nm. Dilakukan 3 kali pengulangan.

Berikut ini variasi zat pengoksida yang digunakan dengan 3 kali ulangan seperti pada Tabel 3.2

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 ₁ U ₁	S ₁ U ₂	S ₁ U ₃
Sampel B (S ₂)	S ₂ U ₁	S ₂ U ₂	S ₂ U ₃
Sampel C (S ₃)	S ₃ U ₁	S ₃ U ₂	S ₃ U ₃

3.5.5 Analisa Data

Data yang diperoleh dalam penelitian ini adalah kadar logam Pb hasil destruksi basah dengan hubungan antara Konsentrasi dengan Absorbansi. Sehingga nilai yang di dapat adalah *Slope* dan *Intersep*. Kemudian data dimasukkan ke dalam persamaan regresi linier menggunakan Hukum Lambert-Beer.

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

Dimana, X adalah absorbansi Sampel

Y adalah Konsentrasi sampel ;

b adalah slope

a adalah intersep.

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

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

Dimana,

F_p = Faktor Pengenceran (mL)

B = kadar yang terbaca instrumen (mg/L)

W = berat sampel (g)

Tabel 3.3 Variasi Metode dan Pengulangan

Larutan Metode	HNO ₃ p.a 65% (A)			HNO ₃ p.a 65% dan HClO ₄ p.a 75 % (2:1) (B)			HNO ₃ p.a 65% dan HClO ₄ p.a 75 % (3:1) (C)			HNO ₃ p.a 65% dan HClO ₄ p.a 75% (4:1) (D)			HNO ₃ p.a 65% dan HClO ₄ p.a 75% (5:1) (E)		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
Ulangan															
Tertutup (a)															
Terbuka (b)															

Two way annova atau analisis variasi dua arah akan menunjukkan bahwa terdapat lebih dari satu factor 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.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Bab ini menjelaskan hasil dari penelitian yang berjudul analisis logam timbal (Pb) pada sampo dengan variasi metode destruksi basah dan zat pengoksidasi menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA). Penelitian ini dilakukan bertujuan untuk mengetahui pendestruksi basah dan larutan zat pengoksidasi terbaik sehingga dapat mengetahui kadar logam timbal (Pb) dalam tiap-tiap sampel sampo. Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahapan penelitian, diantaranya teknik pengambilan sampel, pembuatan kurva baku logam timbal (Pb), penentuan destruksi basah dan zat pengoksidasi yang terbaik dalam analisis logam timbal (Pb) pada sampo, analisis timbal (Pb) pada variasi sampel dengan metode destruksi basah yang terbaik, dan analisis data.

4.1 Teknik Pengambilan Sampel

Teknik pengambilan sampel merupakan tahapan awal dari penelitian ini. Teknik pengambilan sampel dilakukan dengan menggunakan teknik *simple random sampling* pada tahun kadaluwarsa yang sama dan warna yang berbeda untuk dianalisis kadar logam timbal (Pb). Teknik ini sederhana (*simple*) karena pengambilan sampel dilakukan secara acak dalam populasi tanpa memperhatikan unit. Sehingga semua populasi dapat memperoleh peluang yang sama untuk menjadi sampel atau anggota sampel.

Pengambilan sampel sampo dalam penelitian dilakukan secara *simple random* pada supermarket di Kota Malang. Sampo yang digunakan adalah sampo dengan merek yang sama tetapi warna berbeda yaitu warna hitam berfungsi

untuk rambut hitam berkilau (label A), kuning berfungsi untuk rambut kusam dan kering (label B) dan putih yang berfungsi sebagai antiketombe (label C) dalam waktu tahun kadaluwarsa sama. Masing-masing sampel diambil 20 gram dan di timbang menggunakan neraca analitik. Sampel dicampur menjadi warna keabu-abuan. Sampel dicampur berfungsi untuk dapat mengetahui kadar logam timbal (Pb) secara umum dalam sampel sampo. Sampel dihomogenkan untuk menyeragamkan sampel dari semua sudut. Sampel dimasukkan ke dalam wadah dan diaduk secara merata. Sampel dapat disimpan di wadah yang tertutup rapat agar tidak terkontaminasi dengan benda yang lain.

4.2 Pembuatan Kurva Baku Logam Timbal (Pb)

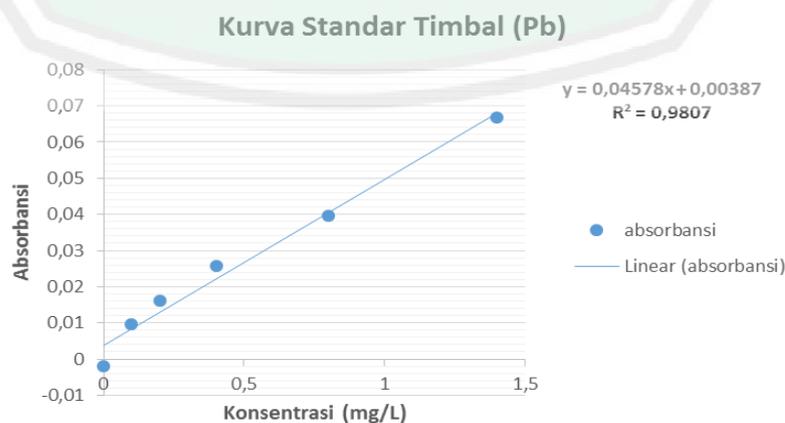
Kurva standar digunakan sebagai acuan untuk sampel dalam penelitian ini. Pembuatan kurva standar berfungsi untuk mengetahui hubungan antara konsentrasi larutan dengan nilai absorbansi sehingga diketahui konsentrasi sampel (Underwood, 1999). Keakuratan hasil kurva standar dapat dilihat dari hasil garis linier dalam grafik. Sebelum pembuatan kurva standar terlebih dahulu dilakukan pembuatan blanko.

Blanko digunakan sebagai larutan pembanding dalam analisis. Blanko yang digunakan yaitu larutan HNO_3 65%. HNO_3 65% digunakan untuk menyesuaikan penggunaan larutan pendestruksi dan meminimalisir gangguan. Sehingga dapat dikalibrasi oleh spektroskopi serapan atom (SSA) serta dapat membaca konsentrasi bernilai 0.

Adapun langkah- langkah yang dilakukan pembuatan kurva standar yaitu terlebih dahulu dilakukan pengenceran larutan Pb 1000 mg/L dari larutan

standar $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1000 mg/L dengan merek dagang E-Merk dengan teliti. Larutan standar Pb diencerkan 1000 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL sehingga di peroleh larutan standar Pb 10 mg/L. Larutan 10 mg/L di pipet masing-masing 0 mL; 0,25 mL ; 0,5 mL ; 1,5 mL ; 2,5 mL dan 5 mL. Dilakukan pengenceran dalam labu ukur 50 mL sampai tanda batas. Sehingga larutan diperoleh larutan standar Pb 0 mg/L ; 0,05 mg/L ; 0,1 mg/L ; 0,3 mg/L ; 0,5 mg/L dan 1 mg/L. Larutan yang diperoleh diukur pada panjang gelombang 217 nm menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Logam timbal (Pb) mempunyai panjang gelombang 217 nm yang dapat menyerap cahaya oleh atom untuk melakukan transisi elektron dari tingkat dasar ke tingkat eksitasi sehingga menghasilkan garis spektrum yang tervaca oleh Pektroskopi Serapan Atom (SSA).

Sehingga didapatkan hasil absorbansi dan grafik dari kurva standar. Kurva tersebut merupakan perbandingan antara konsentrasi larutan standar timbal (x) terhadap absorbansinya (y). Maka diperoleh persamaan regresi dan harga koefisien kolerasi. Apabila nilai regresi linier mendekati 1, maka absorbansi yang dihasilkan dapat digunakan untuk menghitung konsentrasi sampel. Berikut ini Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Grafik Kurva Standar Timbal

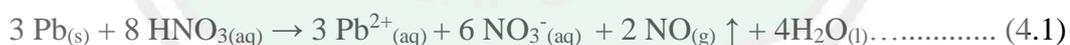
Gambar 4.1 menunjukkan nilai absorbansi berbanding lurus dengan nilai konsentrasi sesuai dengan persamaan Lambert-Beer yaitu $A = abc$, dimana nilai A adalah absorbansi dan c adalah konsentrasi. Semakin besar absorbansi yang dihasilkan, maka semakin besar juga nilai konsentrasi yang diperoleh. Nilai persamaan regresi yaitu $y = 0,04578x + 0,00387$ dan nilai harga koefisien korelasi yaitu $R^2 = 0,9807$. Linieritas yang dihasilkan dapat dilihat dari harga koefisien korelasi (R^2) pada larutan standar timbal sebesar 0,9807 dimana harga koefisien korelasi mendekati 1. Hal ini menandakan titik-titik pada kurva kalibrasi mendekati garis lerengnya. Oleh karena itu, nilai koefisien korelasi kurva standar yang dibuat dapat digunakan untuk mengukur kadar logam timbal dalam sampel dengan spektroskopi serapan atom (SSA).

4.3 Penentuan Destruksi Basah dan Zat Pengoksidasi yang Terbaik dalam Analisis Logam Timbal (Pb) pada Sampo

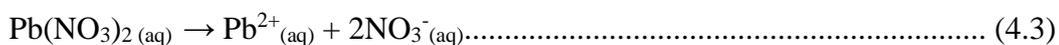
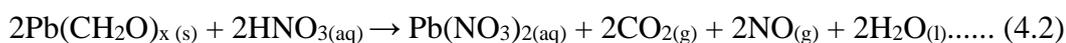
Penentuan destruksi basah dan zat pengoksidasi terbaik dapat dilihat dari hasil kadar timbal (Pb) yang tertinggi menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA). Keberhasilan suatu analisis menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA) tergantung pada pemilihan metode destruksi yang tepat. Destruksi bertujuan untuk menguraikan senyawa-senyawa organik yang terdapat dalam sampo. Pada umumnya, destruksi basah yang digunakan dapat merombak sampel menggunakan asam-asam kuat baik tunggal maupun campuran dengan menggunakan zat pengoksidasi. Destruksi basah yang digunakan pada penelitian ini terdiri dari destruksi basah terbuka (*hotplate*) dan destruksi basah tertutup (*refluks*). Metode destruksi basah dilakukan menggunakan suhu panas yang bertujuan untuk mempercepat proses oksidasi atau perombakan senyawa-senyawa

organik. Selain itu, metode ini digunakan karena pengerjaannya lebih sederhana karena oksidasi terjadi secara kontinyu dan cepat serta unsur-unsur yang diperoleh mudah larut. Masing-masing destruksi basah pada sampel sampo dilakukan dengan menggunakan berbagai variasi zat pengoksidasi. Sehingga didapatkan zat pengoksidasi terbaik untuk sampel sampo untuk menghasilkan kadar logam timbal yang terukur tertinggi dari berbagai variasi zat pengoksidasi yang digunakan.

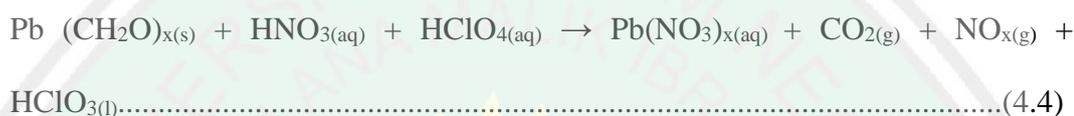
Penentuan zat pengoksidasi terbaik dilakukan dengan ditimbang 2 gram sampel yang telah dihomogenkan. Sampel ditambahkan zat pengoksidasi berupa HNO₃ sebanyak 20 mL, HNO₃/ HClO₄ (13,3 mL/ 6,7 mL), HNO₃/ HClO₄ (15 mL/ 5 mL), HNO₃/ HClO₄ (16 mL/ 4 mL) dan HNO₃/ HClO₄ (16,7 mL/ 3,3 mL). HNO₃ merupakan larutan pengoksidasi yang biasa digunakan untuk melarutkan atau melepaskan unsur logam umum kecuali aluminium, kromium, gallium, indium, dan thorium karena unsur-unsur tersebut larut sangat lambat sehingga logam umum yang diteliti memutuskan dengan ikatannya. HClO₄ merupakan pelarut yang baik untuk menyerang logam berat (Namik,2006). Berikut ini reaksi yang terjadi pada logam timbal dan asam nitrat yaitu (Svehla,1990) :



Lapisan pelindung berupa timbal nitrat akan terbentuk pada permukaan logam. Adapun reaksi yang dapat diasumsikan antara logam timbal dan asam nitrat sebagai berikut :



$Pb(CH_2O)_x$ merupakan timbal yang berikatan senyawa organik yang di destruksi oleh asam nitrat menghasilkan gas CO, gas NO, $Pb(NO_3)_2$ dan H_2O . Larutan Timbal (ii) nitrat di dekomposisi menjadi ion timbal (Pb^{2+}) dan ion nitrat (NO_3^-). Pemilihan kombinasi asam kuat dan perbandingan jumlah asam kuat serta cara kerjanya sangat tergantung pada jenis bahan yang akan didestruksi (Andarwulan, 2011). Berikut ini reaksi kombinasi asam kuat dengan logam timbal adalah (Sukesi, 2013) :



Senyawa organik dalam sampel sampo di reaksikan dengan HNO_3 dan $HClO_4$ menghasilkan logam (NO_3), CO, NO_2 dan $HClO_3$. Senyawa logam (NO_3) merupakan hasil oksidasi logam $(CH_2O)_x$ dengan HNO_3 sehingga ikatan logam timbal (Pb) dalam senyawa organik terputus. $HClO_3$ merupakan hasil reduksi dari $HClO_4$. Sedangkan gas CO_2 dan NO dapat meningkatkan tekanan pada proses destruksi.

Senyawa organik tersebut diubah ke dalam bentuk garam menjadi $Pb(NO_3)_x$ yang mudah larut dalam air. Gas NO dihasilkan selama oksidasi menggunakan asam nitrat. Gas NO diuapkan dari larutan dan bereaksi dengan oksigen membentuk gas NO_2 . Berikut ini reaksi pembentukan gas NO_2 (Sukesi, 2013) :



Terdapat dua macam destruksi basah yaitu basah terbuka dan basah tertutup. Destruksi basah terbuka yaitu campuran sampel dan reagen asam dipanaskan secara terbuka. Sedangkan destruksi basah tertutup yaitu reaksi

pelarutan dan pemecahan dilakukan dalam wadah tertutup yang lebih aman terhadap penguapan dan pemuaiian dari bahan (Namik,2006).

Sampel sampo yang telah ditambahkan dengan zat pengoksidasi selanjutnya didestruksi basah terbuka dengan menggunakan pemanasan suhu 100 °C.. Pemanasan suhu 100 °C bertujuan untuk mempercepat proses pemutusan ikatan senyawa kompleks antara logam timbal dengan senyawa organik sampel sampo. Hal ini dikarenakan titik didih dari logam timbal (Pb) sebesar 1740 °C, maka dengan pemanasan pada suhu 100°C bisa dipastikan bahwa logam timbal (Pb) masih terdapat di dalam sampel. Sampel diaduk sampai larutan tersisa setengahnya sehingga diperoleh larutan yang berwarna jernih dengan sedikit residu. Warna jernih yang dihasilkan pada proses destruksi menandakan bahwa senyawa organik yang terkandung dalam sampel telah larut sempurna atau perombakan sampel berjalan dengan baik (Kristianingrum, 2012). Larutan di saring menggunakan Whatman no. 42 dan diencerkan dengan HNO₃ 1 M dalam labu ukur 10 mL. Pengenceran dilakukan pada HNO₃ 1M sebab larutan sampel harus berada dalam matriks yang identik dengan larutan standar, sehingga didapatkan kondisi yang ideal untuk analisis (Rohman, 2007). Hal ini dikarenakan setiap instrumen memiliki kepekaan terhadap bahan kimia yang berbeda-beda.

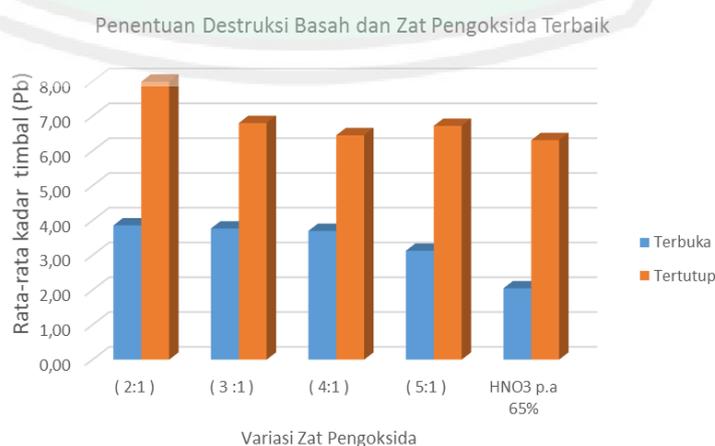
Destruksi basah tertutup menggunakan *refluks* langkahnya hampir sama dengan destruksi basah terbuka. Sampel yang telah dipreparasi dimasukkan ke dalam *refluks* menggunakan pemanasan 100 °C sampai sampel menjadi bening. Prinsip dari metode refluks adalah pelarut volatil yang digunakan akan menguap pada suhu tinggi, namun akan didinginkan dengan kondensor sehingga pelarut akan mengembun pada kondensor dan turun lagi ke dalam wadah reaksi sehingga pelarut akan tetap ada selama reaksi berlangsung (Kalaskar, 2012). Larutan

disaring dengan kertas Whatman 42 dengan labu ukur 25 mL. Larutan diencerkan dengan HNO_3 1 M. Larutan sampel diukur kadar logam timbal (Pb) menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA). Larutan hasil destruksi diukur kadar logamnya secara spektrofotometri dengan instrumen spektroskopi serapan atom (SSA). Berikut hasil dari pengukuran kadar timbal menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA), yaitu :

Tabel 4.1 Hasil Rata-rata Kadar Timbal (Pb) Destruksi Basah Terbuka dan Destruksi Basah Tertutup

Zat Pengoksidasi (mL) \ Rata-rata kadar Pb hasil Destruksi (mg/L)	Destruksi Basah Terbuka (mg/L)	Destruksi Basah Tertutup (mg/L)
HNO_3 65 % (20 mL)	2,05	6,31
$\text{HNO}_3 / \text{HClO}_4$ 2:1 (13,3 mL/ 6,7 mL)	3,86	7,99
$\text{HNO}_3 / \text{HClO}_4$ 3:1 (15 mL/ 5 mL)	3,77	6,80
$\text{HNO}_3 / \text{HClO}_4$ 4:1 (16 mL/ 4 mL)	3,70	6,45
$\text{HNO}_3 / \text{HClO}_4$ 5:1 (16,7 mL/ 3,3 mL)	3,13	6,72

Hasil rata-rata kadar timbal (Pb) pada Tabel 4.1 dibuat grafik agar dapat mengetahui perbedaan pengaruh destruksi basah dengan berbagai zat pengoksidasi terhadap hasil rata-rata kadar logam timbal dalam sampel sampo. Berikut ini Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Grafik Penentuan Destruksi Basah dan Zat Pengoksidasi Terbaik

Gambar 4.2 di atas menunjukkan bahwa destruksi basah terbuka mempunyai kurva yang lebih kecil dari pada destruksi basah tertutup karena saat pemanasan pelarut menguap sampai volume berkurang setengah dari volume awal sehingga kemampuan zat pengoksidasi untuk mengoksidasi suatu senyawa organik menurun dan menghasilkan sedikit ion Pb^{2+} yang terbaca oleh spektroskopi serapan atom (SSA). Hal ini menunjukkan bahwa destruksi basah tertutup lebih baik daripada destruksi basah terbuka karena saat pemanasan destruksi basah tertutup tidak kehilangan pelarut sehingga dapat mendestruksi secara maksimal dan menghasilkan nilai rata-rata kadar timbal (Pb) yang tinggi. Umumnya, zat pengoksidasi HNO_3 dan $HClO_4$ yang digunakan dalam penelitian ini merupakan oksidator kuat. Tetapi, penggunaan zat pengoksidasi dengan berbagai komposisi belum diketahui efektivitasnya dalam mendestruksi logam timbal pada sampel sampu. Campuran HNO_3 dan $HClO_4$ dapat mendestruksi lebih banyak daripada HNO_3 tunggal. Komposisi campuran HNO_3 dan $HClO_4$ menghasilkan kadar timbal paling tinggi adalah komposisi HNO_3 dan $HClO_4$ (2 : 1). Hal ini dikarenakan $HClO_4$ mempunyai kekuatan asam yang dapat melepaskan atom hidrogen dan mendonorkan atom oksigen lebih banyak daripada HNO_3 sehingga volume $HClO_4$ pada perbandingan tersebut lebih banyak daripada perbandingan lainnya. Keasaman suatu senyawa dapat diketahui dari besarnya nilai pKa. Semakin kecil nilai pKa yang dimiliki, maka kemampuan dalam melepaskan ion hidrogen semakin mudah dan nilai keasamannya semakin besar. Nilai pKa dari yang asam nitrat sebesar -1,3 dan asam perklorat sebesar -7. Oleh karena itu, $HClO_4$ dapat menjadi oksidator yang kuat daripada HNO_3 .

Kenaikan kadar timbal pada komposisi HNO_3 dan HClO_4 (2 : 1) dapat mendestruksi sampel sampo lebih maksimal. Akan tetapi, penggunaan HNO_3 dan HClO_4 (2 : 1) secara bersamaan dapat menyebabkan bertambahnya suhu dan panas pada refluks. Larutan HNO_3 merupakan zat pengoksidasi utama yang sering digunakan untuk mendestruksi, tetapi zat pengoksidasi HNO_3 tunggal tidak cukup sehingga perlu adanya zat pengoksidasi yang kuat untuk mendestruksi sampel sampo.

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

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

H_1 = ada pengaruh antara metode destruksi basah dan zat pengoksidasi terhadap hasil kadar logam timbal (Pb).

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

3. H_0 diterima jika $F_{\text{hitung}} < F_{\text{tabel}}$ dan $\text{sig} > \alpha$
4. H_0 ditolak jika $F_{\text{hitung}} > F_{\text{tabel}}$ dan $\text{sig} < \alpha$

Tabel 4.2 Hasil Uji *Two Way Annova* Pengaruh Metode Destruksi dan Zat Pengoksidasi Terhadap Kadar Logam Pb dalam Sampo

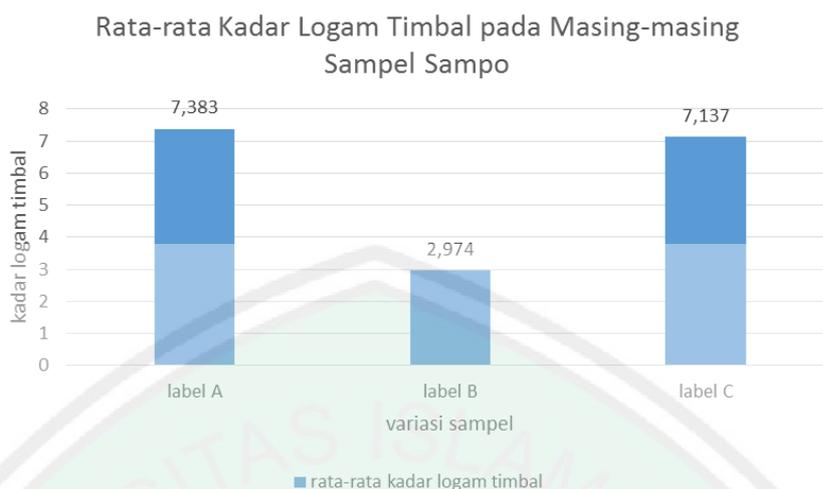
Sumber Variasi	SS	df	MS	F_{hitung}	Sig	F_{tabel}
Corrected Model	99,611	5	19,922	21,099	0,000	1,699
Galat	22,662	24	0,944			
Total	122,273	29				

Keterangan :
SS = Sum of Squares
MS = Mean Square

Data yang diperoleh menunjukkan bahwa nilai F hitung sebesar 21,099 dan F tabel sebesar 1,699. Serta nilai kepercayaan sebesar 0,05 dan nilai signifikan sebesar 0,000. Hal ini menunjukkan bahwa H_0 ditolak yang berarti bahwa ada pengaruh antara metode destruksi basah dan zat pengoksidasi terhadap hasil kadar logam timbal (Pb). Data tersebut dapat dilanjutkan dengan uji BNT (Beda Nyata Terkecil). Hasil di dapatkan bahwa tidak ada beda nyata signifikan antara masing-masing destruksi basah terbuka dan destruksi tertutup. Akan tetapi, antara destruksi basah terbuka dan destruksi basah tertutup terdapat beda nyata signifikan sebesar 3,5526.

4.4 Analisis Timbal (Pb) pada Variasi Sampel dengan Metode Destruksi Basah yang Terbaik

Analisis timbal (Pb) pada variasi warna sampel sampo dengan label A (hitam), label B (kuning) dan label C (putih) menggunakan destruksi basah tertutup dan zat pengoksidasi HNO_3 dan $HClO_4$ perbandingan 2:1. Setiap sampel sampo dianalisis sebanyak 3 kali pengulangan. Hasil pengulangan tersebut dirata-rata. Hasil rata-rata kadar timbal pada masing-masing sampel ditunjukkan pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Grafik Rata-rata Kadar Logam Timbal pada Masing-masing Sampel Sampo

Keterangan :

Label A = Sampo warna hitam pekat (keruh)

Label B = Sampo warna kuning (tidak keruh)

Label C = Sampo warna putih pekat (keruh)

Gambar 4.3 menunjukkan kadar timbal (Pb) pada masing-masing sampel adalah label A sebesar 7,383 mg/L, label B sebesar 2,974 mg/L dan label C sebesar 7,137 mg/L. Dalam bentuk garam anorganik, Pb dapat membentuk warna kuning yaitu PbCrO_4 , warna abu-abu sampai hitam PbS , warna putih PbCl_2 . Kemungkinan warna dalam sediaan sampo merupakan campuran senyawa organik dan anorganik yang ditambahkan dengan tujuan untuk menambah estetika sediaan dan layanan konsumen (Jaya, 2013). Semua sampel sampo mempunyai kadar timbal (Pb) dibawah standar yang ditetapkan oleh Badan Pengawasan Obat dan Makanan Republik Indonesia 2014 yaitu tidak lebih dari 20 mg/L (Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia, 2014) dan aman untuk digunakan oleh masyarakat.

4.5 Analisis Kadar Logam Timbal (Pb) Pada Sampo Menurut Perspektif Islam

Rambut merupakan salah satu aset berharga bagi setiap manusia baik laki-laki maupun wanita. Rambut juga biasanya disebut sebagai mahkota wanita. Rambut berfungsi untuk melindungi kulit kepala dari sengatan matahari dan hawa dingin. Rambut yang tidak dibersihkan akan tampak kusam, kasar dan kering sehingga sukar ditata atau disisir (Wasitaatmadja, 1997). Sampo merupakan salah satu kosmetik untuk rambut yang digunakan untuk membersihkan rambut. Kosmetik biasanya digunakan untuk berhias bagi kaum wanita. Berhias dalam Al-Qur'an dijelaskan di surat Al-A'raf ayat 32 yang menjelaskan bahwa Allah memperbolehkan untuk bersenang-senang dengan menggunakan segala bentuk hiasan. Kosmetik yang berasal dari bahan berbahaya tidak boleh digunakan karena agama islam menolak segala sesuatu yang bersifat berbahaya (madharat). Kosmetik juga dapat merubah secara permanen termasuk merubah ciptaan Allah maka hukumnya menjadi haram. (Al-Anwar, 2013).

Berdasarkan hasil penelitian yang telah diperoleh, analisis kadar logam timbal (Pb) dalam tiap sampel sampo dengan label A, label B dan label C masing-masing sebesar 7,383 mg/L; 2,974 mg/L dan 7,137 mg/L. Sehingga dapat diketahui bahwa sampel sampo tersebut masing dibawah standar yang telah ditetapkan sebesar 20mg/L. Allah telah berfirman dalam surat Al-Baqarah ayat 169 sebagai berikut :

إِنَّمَا يَأْمُرُكُمْ بِالسُّوءِ وَالْفَحْشَاءِ وَأَنْ تَقُولُوا عَلَى اللَّهِ مَا لَا تَعْلَمُونَ ﴿١٦٩﴾

Artinya :

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

Ayat diatas menjelaskan bahwa Allah melarang kita mengikuti langkah-langka syaitan seperti menambahkan logam timbal sampai melebihi standar yang ditetapkan agar warnanya terlihat menarik, hal tersebut merupakan perbuatan syaitan yang sering membuat madlorot. Menurut Ibnu Katsir (2000) menafsirkan ayat tersebut yaitu sesungguhnya syaitan adalah musuh kalian yang hanya memerintahkan kalian kepada perbuatan-perbuatan yang jahat dan perbuatan-perbuatan dosa besar tanpa didasari pengetahuan dan setiap perbuatan mudlorot.

Al-Qarni Aidh (2007) menyatakan bahwa perbuatan jahat adalah segala perbuatan yang membuat celaka pelakunya. Sementara perbuatan keji adalah tindakan yang buruk di mata manusia dan keluar dari kebiasaan masyarakat pada umumnya. Sedangkan Al-Barudi Syeikh Imad Zaki (2006) menafsirkan bahwa setan selalu menyuruh manusia supaya melakukan kejahatan dan mengerjakan yang keji dan yang mungkar. Setan tidak rela dan tidak senang apabila melihat seseorang yang beriman kepada Allah dan mentaati segala perintah dan peraturannya.

Menurut tafsir Al-Aisar (2006), Allah memberitahu kepada mereka bahwa setan tidak memerintahkan sesuatu kecuali apa yang membahayakan badan dan jiwa mereka seperti mengatakan sesuatu terhadap Allah tanpa dilandasi oleh ilmu pengetahuan dengan cara mengharamkan, menghalakan dan mensyariatkan sesuatu atas nama Allah yaitu padahal Allah SWT sama sekali jauh dari hal itu.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Hasil penelitian analisis kadar logam timbal (Pb) pada sampo dengan variasi metode destruksi basah dan zat pengoksidasi menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA) dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Metode destruksi yang terbaik untuk mendestruksi logam timbal adalah destruksi basah tertutup dengan menggunakan zat pengoksidasi terbaik $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (2:1).
2. Kadar logam timbal pada tiap sampel sampo label A (hitam), label B (kuning), dan label C (putih) menggunakan destruksi basah tertutup dengan zat pengoksidasi $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (2:1) masing-masing memperoleh kadar rata-rata sebesar 7,383 mg/L ; 2,974 mg/L dan 7,137 mg/L.

5.2 Saran

Berdasarkan pada penelitian yang dilakukan, ada beberapa hal yang perlu dilakukan untuk memperbaiki dan mengembangkan penelitian sebelumnya, antara lain:

1. Perlu dilakukan analisis kadar logam timbal pada sampel sampo dengan masa kadaluwarsa yang berbeda.
2. Penelitian selanjutnya dapat dilakukan dengan membandingkan metode destruksi basah tertutup (refluks) dengan metode destruksi basah tertutup (microwave) dengan menggunakan zat pengoksida $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (2:1) dan $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1)

DAFTAR PUSTAKA

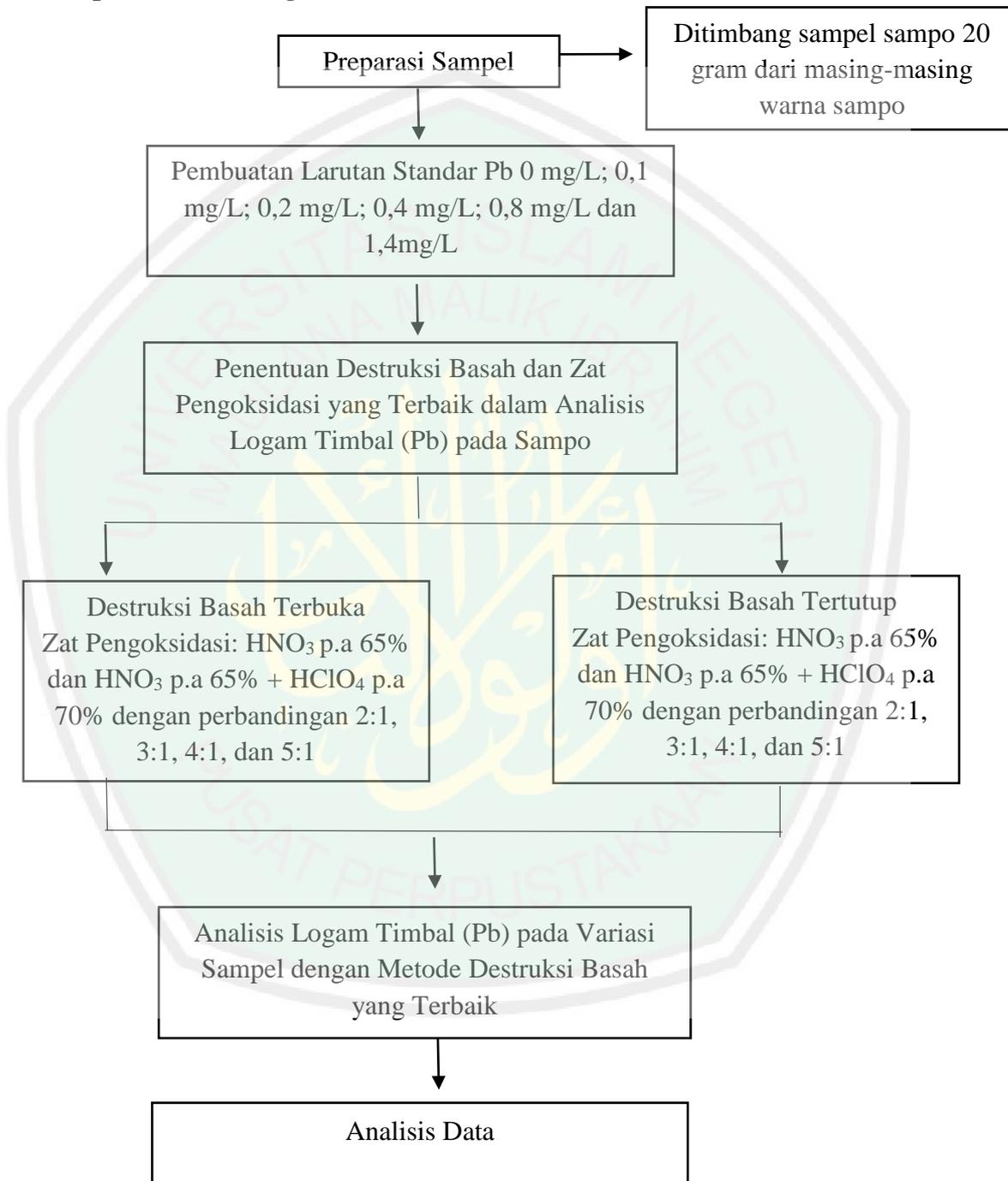
- Aidh Al-Qarni. 2007. *At Tafsiru Al-Muyassaru*. Jakarta: Qisthi Press.
- Al-Barudi Syaikh Imad Zaki. 2006. *Tafsir Al-Qur'an Al-Azhim Li An-Nisa'*. Jakarta: Pustaka Al-Kautsar.
- Al-Jazairi dan Jabir, A. B. 2006. *Tafsir Al-Aisar*. Jakarta: Darus Sunnah.
- Alwi, H. 2002. *Kamus Besar Bahasa Indonesia*. Edisi Ketiga. Jakarta : Balai Pustaka.
- Andarwulan, N. 2011. *Analisis Pangan*. Jakarta: Dian Rakyat.
- Anderson, R. 1987. *Sample Pretreatment and Separation*. New York : John Willey & Sons.
- Anwar,A. 2013. Radiomajas.comfiqh-bermake-up-bagi-kaum-wanita.htm. Artikel online. Diakses tanggal 31 Juli 2016.
- BPOM. 2014. *Peraturan Perundang-undangan Tentang Persyaratan Cemarkan Mikroba dan Logam Berat dalam Kosmetik*. Jakarta : Badan POM.
- Chauhan, A.S., Bhadauria, R., Singh, A.K., Lodhi, S.S, Chaturvedi, D.K, dan Tomar, V.S. 2010. *Determation of Lead and Cadmium in Cosmetic Products. Journal of Chemistry and Pharmaceutical Reasearch*. 92-97.
- Day, Jr.R.A dan Underwood, A.L. 1989. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta : Erlangga.
- Departemen Agama RI. 2001. *Pedoman Pangan Halal bagi Konsumsi, Importir dan Konsumsi di Indonesia*. Jakarta: Tim Penerbit Buku Pedoman Pangan Halal.
- Faruruwa, M.D., dan Bartholomew, S.P. 2014. *Study of Heavy Metals Content Facial Cosmetics Obtained from Open Markets and Superstores Whithin Kaduna Metropolis Nigeria. Americal Journal of Chemistry and Application* : 29-33.
- Gunandjar. 1985. *Diktat Kuliah Spektofotometri Serapan Atom*. Yogyakarta : PPNY-Batan.
- Herman, D. 2006. *Tinjauan Terhadap Tailing Mengandung Unsur Pencemaran As, Hg, Pb dan Cd* . *Jurnal Geologi Indonesia* : 31-36.
- Horwitz, W. 1975. *Official Methods Of Association Of Officials Analytical Chemistry*. 12thed. McGraw-Hill : New York.

- Ibnu Katsir. 2000. Tafsir Ibnu Katsir Juz 2. Bandung: Sinar Baru Algensindo.
- Jaya, F., Guntarti, A., dan Kamal, Z. 2013. Penentuan Kadar Pb pada Shampoo Berbagai Merek dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom. Vol 3 . No 2.
- Kalaskar, M.M. 2012. Quantitative Analysis of Heavy Metals From Vegetables of Amba Nalain Amravati District. *Der Phama Chemica*, 4 :2373-2377.
- Kamal, dkk. 2005. Penentuan Kadar Timbal (Pb) dalam Cat Rambut dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom. Yogyakarta : Puslitbang Teknologi Maju.
- Khopkar, S.M. 2008. Konsep Dasar Kimia Analitik. Jakarta : UI Press.
- Kristianingrum, S. 2012. Kajian Berbagai Proses Destruksi Sampel dan Efeknya. Yogyakarta : Universitas Negeri Yogyakarta.
- Mottram, F.J dan Less, C.E. 2000. *Hair Shampoos in Poucher's Perfumes, Cosmetics and Soaps, 10th Edn, Butler, H. Great Britain : Kluwer Academic Publishers.*
- Muslim Marchi. 2013. Bolehkah Wanita yang Memakai Kosmetik. <http://muslim-archi.blogspot.co.id/2013/07/bolehkah-wanita-yang-memakai-kosmetik.html>. Diakses 02 Agustus 2016.
- Muslim Media. 2015. Penggunaan Kosmetik dalam Pandangan Islam. <http://www.muslimmedianews.com/2015/11/penggunaan-kosmetik-dalam-pandangan-islam.html>. Diakses pada tanggal 01 Agustus 2016.
- Namik, K.A dan Ataman, Y. 2006. *Trace Element Analysis of Food and Diet. The Royal Society of Chemistry Cambridge* : 66-77.
- Neilsen, S.S. 2010. *Food Analysis is Fourth Edition*. London : Springer.
- Palar. 2004. Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat. Jakarta : Penerbit Rineka Cipta.
- Patniak, P. 2004. *Dean's Analytical Chemistry Handbook Second Edition*. McGraw-Hill : New York
- Raimon. 1993. Perbandingan Metode Destruksi Basah dan Kering Secara Spektrofotometri Serapan Atom. Lokarya Nasional. Jaringan Kerjasama Kimia Analitik Indonesia: Yogyakarta.
- Rohman, A. 2007. Kimia Farmasi Analisis. Yogyakarta : Pustaka Pelajar.

- Sukei. 2013. Preparasi Penentuan Ca, Na, dan K dalam Nugget Ayam-Rumput laut (*Eucheuma cottonii*). *Jurnal Sains dan Seni Pomits*, 1 : 2337 – 3520.
- Siddiq., Hasbi, M., dan Teungku. 2000. Tafsir AL-Qur'anul Majid An-Nuur. Semarang: PT Pustaka Rizki Putra.
- Skoog, D.A. 2000. *Principles of Instrumental Analysis*. USA : CBD College Publishing.
- Sumardi. 1981. Metode Destruksi Contoh Secara Kering Dalam Analisis Unsur-Unsur Fe, Cu, Mn, dan Zn dalam Contoh-Contoh Biologis. *Prosding Seminar Nasional Metode Analisis Lembaga Kimia Nasional*. Jakarta : LIPI.
- Svehla, G. 1990. Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro. Jakarta : PT. Kalman Media Pustaka.
- Tim Tasbih Departemen Agama. 1990. Al-Quran dan Tafsirnya. Semarang : PT Citra Effhar.
- Tranggono, R.I.S dan Latifah, F. 2007. Buku Pengangan Ilmu Pengetahuan Kosmetologi. Jakarta : Sagung Seto.
- Ullah, dkk. 2013. *Comperative Study of Heavy Metals Content in Cosmetic Products of Different Countries Marketed in Khyber Pakhtunkhwa Pakistas*. *Arabian Journal of Chemistry* : 1-9.
- Umar, M.A dan Caleb, H. 2013. *Analysis of Metals in Some Cosmetic Products in FCT-Abuja Nigeria*. *International Journal of Reasearch in Cosmetic Science* : 14-18.
- Wasitaatmadja, S.M. 1997. Penuntun Ilmu Kosmetik Medik. Jakarta : Universitas Indonesia Press.
- Widowati, H. 2008. Pengaruh Kadar Logam Cd dan Pb Terhadap Perubahan Warna Batang dan Daun Sayuran. *El Hayah* 1 (4) :167-173.

LAMPIRAN

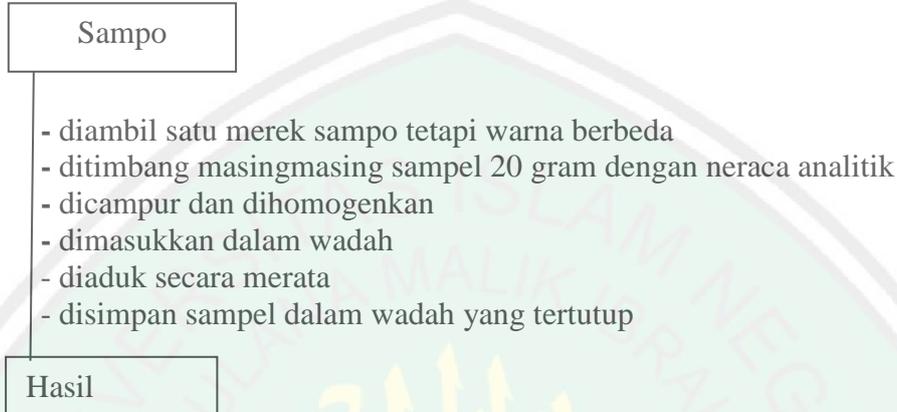
Lampiran 1: Rancangan Penelitian



LAMPIRAN

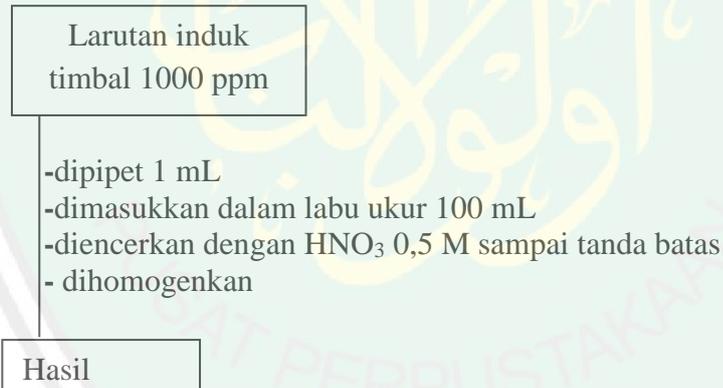
Lampiran 2. Diagram Alir

1. Pengambilan Sampel

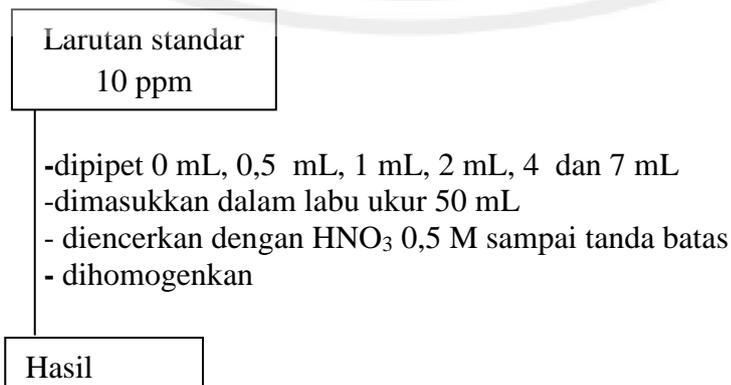


2. Pembuatan Larutan Standar Timbal

a. Pembuatan Larutan Standar Timbal 10 ppm



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



c. Pembuatan Kurva Baku Timbal

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

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

Hasil

3. Penentuan Destruksi Basah dan Zat Pengoksidasi Terbaik dalam Analisis Logam Timbal (Pb) pada Sampo

Sampel

- diambil masing-masing sebanyak 2 gram dari campuran sampel
- dilakukan destruksi basah menggunakan larutan HNO_3 p.a 65% sebanyak 20 ml dan zat pengoksidasi lain ke dalam beaker glass 100 mL
- dipanaskan diatas *hotplate* pada suhu 100°C sampai larutan berwarna jernih (apabila larutan masih berwarna keruh ditambahkan HNO_3 p.a 65% dan zat pengoksidasi yang lain)
- didinginkan dan disaring dengan kertas saring *Whatman* No.42
- diencerkan dengan HNO_3 1 M dalam labu ukur 10 mL
- diukur absorbansinya pada panjang gelombang 217 nm
- dilakukan 3 kali pengulangan

Hasil

Sampel

- diambil sampel sebanyak 2 gram dari campuran sampel
- ditambahkan zat pengoksidasi HNO_3 p.a 65% sebanyak 20 mL dan zat pengoksidasi lain di dalam *refluks*
- dipanaskan dengan suhu 100°C
- didinginkan sampai suhu kamar
- disaring menggunakan kertas saring *Whatman* No.42
- dimasukkan dalam labu ukur 25 mL
- diencerkan dengan HNO_3 1 M sampai tanda batas
- dianalisis dengan Spektrofotometet Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang 217 nm
- dilakukan 3 kali pengulangan

Hasil

4. Analisis Logam Timbal (Pb) pada Variasi Sampel dengan Metode Destruksi yang Terbaik

Sampel

- ditimbang 2 gram dari masing-masing sampel
- ditambah dengan larutan zat pengoksidasi terbaik
- dipanaskan pada suhu 100°C sampai larutan menjadi jernih
- didinginkan dan disaring menggunakan kertas *Whattman* No.42
- diencerkan dengan HNO₃ 1 M dalam labu ukur 25 mL sampai tanda batas
- dihomogenkan
- dianalisis menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom pada panjang gelombang 217 nm
- dilakukan 3 kali pengulangan

Hasil

LAMPIRAN

Lampiran 3. Perhitungan

1. Pembuatan Kurva Standar Timbal

- a. Pembuatan larutan induk 1000 ppm menjadi 10 ppm dalam 100 mL larutan HNO₃

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

Sehingga larutan 10 ppm dibuat dengan cara dipipet 1 mL larutan induk 1000 ppm kemudian dilarutkan dalam larutan HNO₃

- b. Pembuatan larutan standar 0 ppm larutan HNO₃

Dipipet 0 mL larutan HNO₃ dalam labu ukur 50 mL.

- c. Pengenceran larutan standar 10 ppm menjadi 0,1 ppm dalam 50 mL larutan HNO₃

$$\begin{aligned} & \bullet V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2 \\ & V_1 \times 10 \text{ mg/L} = 50 \text{ mL} \times 0,1 \text{ mg/L} \\ & V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 0,1 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}} \\ & V_1 = 0,5 \text{ mL} \end{aligned}$$

Jadi, dipipet 0,5 mL larutan standar 10 ppm menjadi larutan HNO₃ 0,1 ppm dalam 50 mL

- d. Pengenceran larutan standar 10 ppm menjadi 0,3 ppm dalam 50 mL larutan HNO₃

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

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

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

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

Jadi, dipipet 1 mL larutan standar 10 ppm menjadi larutan HNO₃ 0,3 ppm dalam 50 mL

- e. Pengenceran larutan standar 10 ppm menjadi 0,4 ppm dalam 50 mL larutan HNO₃

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

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

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

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

Jadi, dipipet 2 mL larutan standar 10 ppm menjadi larutan HNO₃ 0,4 ppm dalam 50 mL

- f. Pengenceran larutan standar 10 ppm menjadi 0,8 ppm dalam 50 mL larutan HNO₃

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

$$V_1 \times 10 \text{ mg/L} = 50 \text{ mL} \times 0,8 \text{ mg/L}$$

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

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

Jadi, dipipet 4 mL larutan standar 10 ppm menjadi larutan HNO₃ 0,8 ppm dalam 50 mL

- g. Pengenceran larutan standar 10 ppm menjadi 1,4 ppm dalam 50 mL larutan HNO₃

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

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

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

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

Jadi, dipipet 7 mL larutan standar 10 ppm menjadi larutan HNO₃ 1,4 ppm dalam 50 mL

2. Pembuatan HNO₃ 0,5 M

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

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

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

Jadi, HNO 65 % menghasilkan molaritas sebesar 25,79 M.

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

$$25,79 \text{ M} \times V_1 = 0,5 \text{ M} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ MmL}}{25,79 \text{ M}}$$

$$V_1 = 1,93 \text{ mL}$$

Jadi, pembuatan HNO_3 0,5 M dalam 100 mL dengan memipet 1,93 mL dari larutan HNO_3 65 %.

3. Mencari kadar timbal (Pb) Sebenarnya menggunakan Variasi Komposisi Zat Pengoksidasi dalam Destruksi Basah Terbuka

$$\text{Pb Sebenarnya} \rightarrow C = \frac{B \times F_p}{W}$$

Dimana,

F_p = Faktor Pengenceran (mL)

B = kadar yang terbaca instrumen (mg/L)

W = berat sampel (g)

a. Zat pengoksidasi HNO_3

$$\begin{aligned} U_1 \rightarrow C &= \frac{0,354 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL}}{2 \text{ g}} \\ &= 1,770 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} U_2 \rightarrow C &= \frac{0,300 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL}}{2 \text{ g}} \\ &= 1,500 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} U_3 \rightarrow C &= \frac{0,581 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL}}{2 \text{ g}} \\ &= 2,905 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

b. Zat Pengoksidasi $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (2:1)

$$\begin{aligned} U_1 \rightarrow C &= \frac{0,872 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL}}{2 \text{ g}} \\ &= 4,360 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} U_2 \rightarrow C &= \frac{0,698 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL}}{2 \text{ g}} \\ &= 3,490 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} U_3 \rightarrow C &= \frac{0,747 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL}}{2 \text{ g}} \\ &= 3,735 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

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

$$U_1 \rightarrow C = \frac{0,832 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL}}{2 \text{ g}} \\ = 4,160 \text{ mg/L}$$

$$U_2 \rightarrow C = \frac{0,625 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL}}{2 \text{ g}} \\ = 3,125 \text{ mg/L}$$

$$U_3 \rightarrow C = \frac{0,809 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL}}{2 \text{ g}} \\ = 4,045 \text{ mg/L}$$

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

$$U_1 \rightarrow C = \frac{0,653 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL}}{2 \text{ g}} \\ = 3,265 \text{ mg/L}$$

$$U_2 \rightarrow C = \frac{0,864 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL}}{2 \text{ g}} \\ = 4,320 \text{ mg/L}$$

$$U_3 \rightarrow C = \frac{0,707 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL}}{2 \text{ g}} \\ = 3,535 \text{ mg/L}$$

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

$$U_1 \rightarrow C = \frac{0,590 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL}}{2 \text{ g}} \\ = 2,950 \text{ mg/L}$$

$$U_2 \rightarrow C = \frac{0,590 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL}}{2 \text{ g}} \\ = 2,950 \text{ mg/L}$$

$$U_3 \rightarrow C = \frac{0,700 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL}}{2 \text{ g}} \\ = 3,500 \text{ mg/L}$$

4. Mencari kadar timbal (Pb) Sebenarnya menggunakan Variasi Komposisi Zat Pengoksidasi dalam Destruksi Basah Tertutup

a. Zat Pengoksidasi HNO₃

$$U_1 \rightarrow C = \frac{0,599 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}}{2 \text{ g}} \\ = 7,487 \text{ mg/L}$$

$$U_2 \rightarrow C = \frac{0,603 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}}{2 \text{ g}} \\ = 7,537 \text{ mg/L}$$

$$U_3 \rightarrow C = \frac{0,313 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}}{2 \text{ g}} \\ = 3,915 \text{ mg/L}$$

b. Zat Pengoksidasi HNO₃ + HClO₄ (2:1)

$$U_1 \rightarrow C = \frac{0,626 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}}{2 \text{ g}} \\ = 7,825 \text{ mg/L}$$

$$U_2 \rightarrow C = \frac{0,643 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}}{2 \text{ g}} \\ = 8,030 \text{ mg/L}$$

$$U_3 \rightarrow C = \frac{0,650 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}}{2 \text{ g}} \\ = 8,125 \text{ mg/L}$$

c. Zat Pengoksidasi HNO₃ + HClO₄ (3:1)

$$U_1 \rightarrow C = \frac{0,530 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}}{2 \text{ g}} \\ = 6,625 \text{ mg/L}$$

$$U_2 \rightarrow C = \frac{0,539 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}}{2 \text{ g}} \\ = 6,737 \text{ mg/L}$$

$$U_3 \rightarrow C = \frac{0,564 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}}{2 \text{ g}} \\ = 7,050 \text{ mg/L}$$

d. Zat Pengoksidasi HNO₃ + HClO₄ (4:1)

$$U_1 \rightarrow C = \frac{0,580 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}}{2 \text{ g}} \\ = 7,250 \text{ mg/L}$$

$$U_2 \rightarrow C = \frac{0,490 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}}{2 \text{ g}} \\ = 6,125 \text{ mg/L}$$

$$U_3 \rightarrow C = \frac{0,480 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}}{2 \text{ g}} \\ = 6,000 \text{ mg/L}$$

e. Zat Pengoksidasi HNO₃ + HClO₄ (5:1)

$$U_1 \rightarrow C = \frac{0,596 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}}{2 \text{ g}} \\ = 7,450 \text{ mg/L}$$

$$U_2 \rightarrow C = \frac{0,598 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}}{2 \text{ g}} \\ = 7,400 \text{ mg/L}$$

$$U_3 \rightarrow C = \frac{0,452 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}}{2 \text{ g}} \\ = 5,312 \text{ mg/L}$$

5. Penentuan Larutan Pengoksidasi Terbaik terhadap Sampel

a. Kadar Timbal (Pb) yang Terbaca dalam Instrumen

Terbuka

No	Variasi Komposisi Larutan Pengoksidasi	Hasil Pb Yang Terbaca Instrumen dalam setiap Pengulangan (mg/L)		
		I	II	III
1	HNO ₃ p.a	0,354	0,3	0,581
2	HNO ₃ p.a + HClO ₄ p.a (2:1)	0,872	0,698	0,747
3	HNO ₃ p.a + HClO ₄ p.a (3:1)	0,832	0,625	0,809
4	HNO ₃ p.a + HClO ₄ p.a (4:1)	0,653	0,864	0,707
5	HNO ₃ p.a + HClO ₄ p.a (5:1)	0,59	0,59	0,7

Tertutup

No	Variasi Komposisi Larutan Pengoksidasi	Hasil Pb Yang Terbaca Instrumen dalam setiap Pengulangan (mg/L)		
		I	II	III
1	HNO ₃ p.a	0,599	0,603	0,313
2	HNO ₃ p.a + HClO ₄ p.a (2:1)	0,626	0,643	0,65
3	HNO ₃ p.a + HClO ₄ p.a (3:1)	0,53	0,539	0,564
4	HNO ₃ p.a + HClO ₄ p.a (4:1)	0,58	0,49	0,48
5	HNO ₃ p.a + HClO ₄ p.a (5:1)	0,596	0,598	0,452

b. Kadar Timbal (Pb) Sebenarnya

Terbuka

No	Variasi Komposisi Larutan Pengoksidasi	Hasil Pb Sebenarnya dalam setiap Pengulangan (mg/L)		
		I	II	III
1	HNO ₃ p.a	1,77	1,5	2,9
2	HNO ₃ p.a + HClO ₄ p.a (2:1)	4,36	3,49	3,735
3	HNO ₃ p.a + HClO ₄ p.a (3:1)	4,16	3,125	4,045
4	HNO ₃ p.a + HClO ₄ p.a (4:1)	3,265	4,32	3,535
5	HNO ₃ p.a + HClO ₄ p.a (5:1)	2,95	2,95	3,5

Tertutup

No	Variasi Komposisi Larutan Pengoksidasi	Hasil Pb Sebenarnya dalam setiap Pengulangan (mg/L)		
		I	II	III
1	HNO ₃ p.a	7,487	7,537	3,912
2	HNO ₃ p.a + HClO ₄ p.a (2:1)	7,825	8,03	8,125
3	HNO ₃ p.a + HClO ₄ p.a (3:1)	6,625	6,737	7,05
4	HNO ₃ p.a + HClO ₄ p.a (4:1)	7,25	6,125	6
5	HNO ₃ p.a + HClO ₄ p.a (5:1)	7,45	7,4	5,312

6. Penentuan Kadar Timbal Tiap-tiap Sampel

$$\text{Pb Sebenarnya} \rightarrow C = \frac{B \times F_p}{W}$$

Dimana,

Fp = Faktor Pengenceran (mL)

B = kadar yang terbaca instrumen (mg/L)

W = berat sampel (g)

- Label A

$$U_1 \rightarrow C = \frac{0,582 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}}{2 \text{ g}}$$

$$= 7,275 \text{ mg/L}$$

$$U_2 \rightarrow C = \frac{0,594 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}}{2 \text{ g}}$$

$$= 7,425 \text{ mg/L}$$

$$U_3 \rightarrow C = \frac{0,596 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}}{2 \text{ g}}$$

$$= 7,45 \text{ mg/L}$$

- Label B

$$U_1 \rightarrow C = \frac{0,227 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}}{2 \text{ g}}$$

$$= 2,837 \text{ mg/L}$$

$$U_2 \rightarrow C = \frac{0,232 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}}{2 \text{ g}}$$

$$= 2,9 \text{ mg/L}$$

$$U_3 \rightarrow C = \frac{0,255 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}}{2 \text{ g}}$$

$$= 3,18 \text{ mg/L}$$

- Label C

$$U_1 \rightarrow C = \frac{0,531 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}}{2 \text{ g}}$$

$$= 6,637 \text{ mg/L}$$

$$U_2 \rightarrow C = \frac{0,587 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}}{2 \text{ g}}$$

$$= 7,337 \text{ mg/L}$$

$$U_3 \rightarrow C = \frac{0,595 \text{ mg/L} \times 25 \text{ mL}}{2 \text{ g}}$$

$$= 7,437 \text{ mg/L}$$

7. Analisis Statistik

Between-Subjects Factors

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

Descriptive Statistics

Dependent Variable: kadar

ulangan	perlakuan	Mean	Std. Deviation	N
ulangan 1	terbuka	3.3000	1.04022	5
	tertutup	7.3240	.44366	5
	Total	5.3120	2.25085	10
ulangan 2	terbuka	3.0760	1.02720	5
	tertutup	7.1620	.74463	5
	Total	5.1190	2.31365	10
ulangan 3	terbuka	3.5400	.41755	5
	tertutup	6.0780	1.61328	5
	Total	4.8090	1.73883	10
Total	terbuka	3.3053	.83600	15
	tertutup	6.8547	1.13407	15
	Total	5.0800	2.05337	30

Levene's Test of Equality of Error Variances^a

Dependent Variable:kadar

F	df1	df2	Sig.
1.853	5	24	.140

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:kadar

Source	Type III Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Corrected Model	99.611 ^a	5	19.922	21.099	.000
Intercept	774.192	1	774.192	819.902	.000
ulangan	1.288	2	.644	.682	.515
perlakuan	94.483	1	94.483	100.062	.000
ulangan * perlakuan	3.840	2	1.920	2.034	.153
Error	22.662	24	.944		
Total	896.465	30			
Corrected Total	122.273	29			

a. R Squared = ,815 (Adjusted R Squared = ,776)

Estimated Marginal Means**1. ulangan**

Dependent Variable:kadar

ulangan	Mean	Std. Error	95% Confidence Interval	
			Lower Bound	Upper Bound
ulangan 1	5.312	.307	4.678	5.946
ulangan 2	5.119	.307	4.485	5.753
ulangan 3	4.809	.307	4.175	5.443

2. perlakuan

Dependent Variable:kadar

perlakuan	Mean	Std. Error	95% Confidence Interval	
			Lower Bound	Upper Bound
terbuka	3.305	.251	2.788	3.823
tertutup	6.855	.251	6.337	7.372

3. ulangan * perlakuan

Dependent Variable:kadar

ulangan	perlakuan	Mean	Std. Error	95% Confidence Interval	
				Lower Bound	Upper Bound
ulangan 1	terbuka	3.300	.435	2.403	4.197
	tertutup	7.324	.435	6.427	8.221
ulangan 2	terbuka	3.076	.435	2.179	3.973
	tertutup	7.162	.435	6.265	8.059
ulangan 3	Terbuka	3.540	.435	2.643	4.437
	Tertutup	6.078	.435	5.181	6.975

Post Hoc Tests

ulangan

Multiple Comparisons

Dependent Variable:kadar

	(I) ulangan	(J) ulangan	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
						Lower Bound	Upper Bound
Tukey HSD	ulangan 1	ulangan 2	.1930	.43457	.897	-.8922	1.2782
		ulangan 3	.5030	.43457	.489	-.5822	1.5882
	ulangan 2	ulangan 1	-.1930	.43457	.897	-1.2782	.8922
		ulangan 3	.3100	.43457	.758	-.7752	1.3952
	ulangan 3	ulangan 1	-.5030	.43457	.489	-1.5882	.5822
		ulangan 2	-.3100	.43457	.758	-1.3952	.7752
Bonferroni	ulangan 1	ulangan 2	.1930	.43457	1.000	-.9254	1.3114
		ulangan 3	.5030	.43457	.775	-.6154	1.6214
	ulangan 2	ulangan 1	-.1930	.43457	1.000	-1.3114	.9254
		ulangan 3	.3100	.43457	1.000	-.8084	1.4284
	ulangan 3	ulangan 1	-.5030	.43457	.775	-1.6214	.6154
		ulangan 2	-.3100	.43457	1.000	-1.4284	.8084

Based on observed means.

The error term is Mean Square(Error) = ,944.

kadar

	ulangan	N	Subset
			1
Tukey HSD ^{a,b}	ulangan 3	10	4.8090
	ulangan 2	10	5.1190
	ulangan 1	10	5.3120
Sig.			.489

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

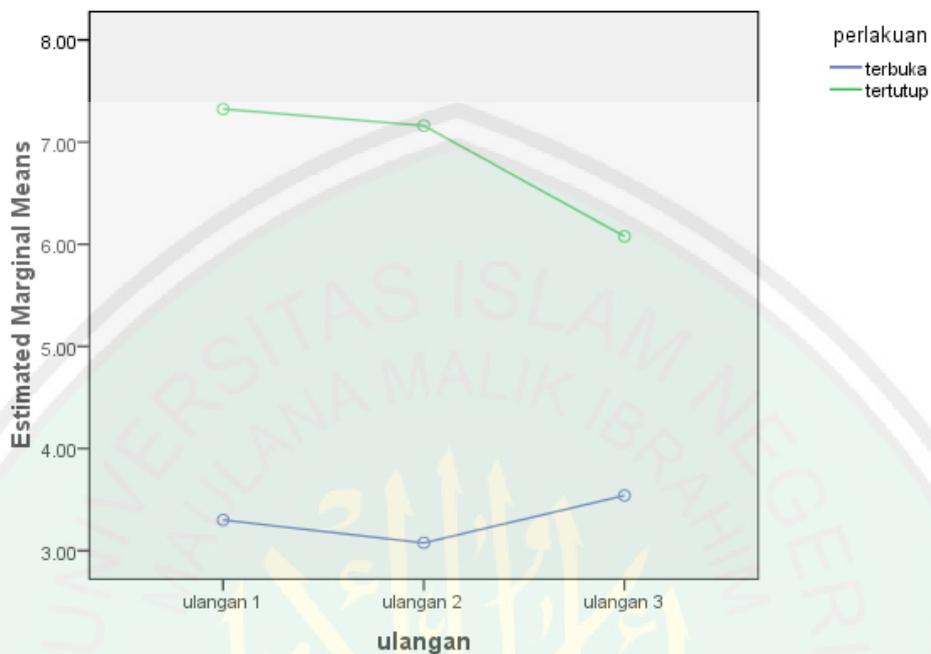
Based on observed means.

The error term is Mean Square(Error) = ,944.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 10,000.

b. Alpha = ,05.

Estimated Marginal Means of kadar



Hasil uji BNT Pada Masing-masing Zat Pengoksidasi dan Destruksi Pada Taraf Uji 0,05

Zat Pengoksidasi	Rata-rata	Notasi	Jumlah
HNO ₃ p.a (O)	2,05	a	0,692748141
HNO ₃ p.a + HClO ₄ p.a (5:1)(O)	3,13	a	1,772748141
HNO ₃ p.a + HClO ₄ p.a (4:1) (O)	3,7	a	2,342748141
HNO ₃ p.a + HClO ₄ p.a (3:1) (O)	3,77	a	2,412748141
HNO ₃ p.a + HClO ₄ p.a (2:1) (O)	3,86	a	2,502748141
HNO ₃ p.a (C)	6,31	b	4,952748141
HNO ₃ p.a + HClO ₄ p.a (4:1) (C)	6,45	b	5,092748141
HNO ₃ p.a + HClO ₄ p.a (5:1) (C)	6,72	b	5,362748141
HNO ₃ p.a + HClO ₄ p.a (3:1) (C)	6,8	b	5,442748141
HNO ₃ p.a + HClO ₄ p.a (2:1) (C)	7,99	b	6,632748141

LAMPIRAN

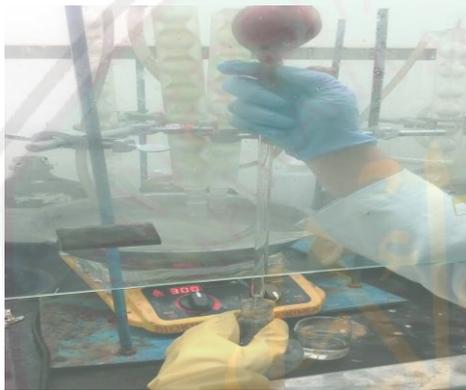
Lampiran 4. Dokumentasi



Sampo



Penimbangan Sampel



Penambahan Zat Pengoksidasi



Destruksi Basah Tertutup



Destruksi Basah Terbuka



Proses Penyaringan



Hasil Penyaringan



Sampel yang sudah diencerkan

