

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

SKRIPSI

Oleh:  
**OKTRIN RUSTIKA KUMALAWATI**  
NIM. 12630044



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

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

**SKRIPSI**

Oleh:  
**OKTRIN RUSTIKA KUMALAWATI**  
**NIM. 12630044**

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

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

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

**SKRIPSI**

Oleh:  
**OKTRIN RUSTIKA KUMALAWATI**  
NIM. 12630044

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji :  
Tanggal, 20 Oktober 2016

Pembimbing I

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

Pembimbing II

  
Umaiatus Syarifah, M.A  
NIP. 19820925 200901 2 005

Mengetahui,  
Ketua Jurusan Kimia

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

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

**SKRIPSI**

Oleh:  
**OKTRIN RUSTIKA KUMALAWATI**  
NIM. 12630044

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi  
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan  
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)  
Tanggal: 20 Oktober 2016

<b>Penguji Utama</b>	: Eny Yulianti, M.Si NIP. 19760611 200501 2 006	(.....)
<b>Ketua Penguji</b>	: Rif'atul Mahmudah, M.Si NIPT. 19820925201608012068	(.....)
<b>Sekretaris Penguji</b>	: Diana Candra Dewi, M.Si NIP. 1977020 200312 2 001	(.....)
<b>Anggota Penguji</b>	: Umayyatus Syarifah, M.A NIP. 19820925 200901 2 005	(.....)

Mengesahkan,  
Ketua Jurusan Kimia  
  
**Elok Kamilah Hayati, M.Si**  
NIP. 19790620 200604 2 002

...

## PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Oktrin Rustika Kumalawati

NIM : 12630044

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Analisis Kadar Logam Timbal (Pb) Pada Bedak Tabur Dengan Variasi Zat Pengoksidasi Dan Metode Destruksi Basah Menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

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

Malang, 22 Oktober 2016  
Yang membuat pernyataan,



Oktrin Rustika Kumalawati  
NIM. 12630044

## MOTTO

Berhentilah berpikir dari segi keterbatasan.

Dan mulailah berpikir dari segi kemungkinan.

*Jangan biarkan hari kemarin  
membuatmu lupa akan seluruh  
kebahagiaan yang berhak kamu  
dapatkan hari ini.*

## HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, dengan penuh rasa syukur saya ucapkan pada Allah SWT, tanpa kehendak-Nya penulis tidak akan dapat menyelesaikan penulisan skripsi ini. Tulisan ini saya persembahkan kepada :

1. Suami tercinta dan Debay yang masih dalam kandungan yang selalu menjadi penyemangat dalam segala hal.
2. Papa dan Alm. Ibu tercinta yang selalu memberikan cinta dan dukungan moral serta materi kepada saya dalam penyelesaian Studi S-1 dan penulisan naskah skripsi.
3. Bapak dan Ibu mertua yang tak pernah berhenti memberi semangat dan selalu memotivasi.
4. Kakak-kakakku dan adik tercinta yang turut serta memberi dukungan.
5. Bapak/Ibu dosen dengan penuh kesabaran dalam membimbing penyusunan naskah skripsi.

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis ucapkan kehadirat Allah SWT, karena atas limpahan rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis mampu menyelesaikan skripsi yang berjudul **“ANALISIS KADAR LOGAM TIMBAL (Pb) PADA BEDAK TABUR DENGAN VARIASI ZAT PENGOKSIDASI DAN METODE DESTRUKSI BASAH MENGGUNAKAN SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA)”**. Laporan 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 skripsi ini tidak akan selesai tanpa bantuan dari berbagai pihak. Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Prof. Dr. H. Mudjia Rahardjo, M.Si, selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Dr.drh. Bayyinatul, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Diana Candra Dewi, M.Si, selaku dosen pembimbing skripsi yang telah meluangkan waktu untuk membimbing kami di sela-sela kesibukan beliau, demi terselesainya tugas ini.
5. Rif'atul Mahmudah, M.Si selaku dosen konsultan skripsi yang telah meluangkan waktu untuk membimbing kami di sela-sela kesibukan beliau, demi terselesainya tugas ini.

6. Seluruh Dosen Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengalirkan ilmu, pengetahuan, pengalaman, wacana dan wawasannya, sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.
7. Suami tercinta dan debay yang masih dalam kandungan yang selalu menjadi penyemangat dalam segala hal.
8. Kedua orang tua Bapak Budi Kuswanto dan Almh. Sri Rahayu yang telah memberikan dukungan moril serta materil. Kakak Yuniar Dyah Eka Yanti, Kakak Furriana Dwi Rahayu, Adik Yurisma Danang Pamungkas serta tak lupa kedua mertua yang tak pernah berhenti memberi semangat dan selalu memotivasi.
9. Keluarga besar Oyitok Coffee Malang yang tak pernah berhenti dan putus asa memberikan dukungan serta motivasi untuk segera menyelesaikan skripsi ini.
10. Sahabat-sahabat seangkatan KIMIA 2012 terutama kelas B yang telah memberikan pengalaman berharga selama 4 tahun.
11. Sahabat-sahabat seperjuangan satu tim Analisis Logam yang telah memberikan semangat dan pencerahan dalam segala hal.
12. Sahabat-sahabat Kost Suwoko A3 Siska Ulfia, Muhtarina Maulida Agustin, Devi Nurmalasari, Ria Laili Fadhilah, Kak Elin, Mbak Ndut, Kak Kiki atas suport yang telah diberikan kepada penulis.
13. Sahabat-sahabat seperngopian yang telah memberikan semangat juang dan selalu memotivasi penulis.
14. 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, 22 Oktober 2016

Penulis



## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN PENGESAHAN .....</b>	<b>i</b>
<b>PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN .....</b>	<b>iv</b>
<b>MOTTO .....</b>	<b>v</b>
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN .....</b>	<b>vi</b>
<b>KATA PENGANTAR .....</b>	<b>vii</b>
<b>DAFTAR ISI .....</b>	<b>x</b>
<b>DAFTAR GAMBAR.....</b>	<b>xi</b>
<b>DAFTAR TABEL .....</b>	<b>xii</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>	<b>xiii</b>
<b>ABSTRAK .....</b>	<b>xiv</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN.....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	5
1.3 Tujuan Penelitian .....	6
1.4 Batasan Masalah.....	6
1.5 Manfaat Penelitian .....	6
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....</b>	<b>8</b>
2.1 Kosmetika .....	8
2.2 Bedak Tabur .....	8
2.3 Komposisi Bedak Tabur.....	9
2.4 Logam Timbal (Pb).....	14
2.5 Penggunaan Timbal.....	15
2.6 Toksisitas Logam Timbal (Pb).....	16
2.7 Destruksi .....	17
2.7.1 Destruksi Kering .....	17
2.7.2 Destruksi Basah .....	18
2.8 Analisis Kadar Logam Timbal dengan Menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA).....	19

2.8.1 Prinsip Kerja Spektroskopi Serapan Atom (SSA) .....	21
2.8.2 Instrumentasi Spektroskopi Serapan Atom (SSA).....	22
2.8.3 Pengaturan Alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA).....	24
2.9 Validasi Data.....	25
2.10 Uji <i>Two Way Anova</i> .....	25
2.11 Penelitian Tentang Kandungan Logam Berat Timbal (Pb) dalam Kosmetik.....	26
2.12 Berhias dalam Prespektif Islam.....	27
<b>BAB III METODELOGI PENELITIAN .....</b>	<b>32</b>
3.1 Pelaksanaan Penelitian.....	32
3.2 Alat dan Bahan.....	32
3.2.1 Alat.....	32
3.2.2 Bahan .....	32
3.3 Rancangan Penelitian.....	32
3.4 Tahapan Penelitian.....	33
3.5 Cara Kerja .....	34
3.5.1 Teknik Pengambilan sampel.....	34
3.5.2 Pembuatan Kurva Baku Standar Logam Timbal(Pb).....	34
3.5.3 Penentuan Destruksi Basah dan Zat Pengoksidasi yang Terbaik dalam Analisis Logam Timbal (Pb) pada Bedak Tabur.....	34
3.5.4 Analisis logam Timbal (Pb) Pada Variasi Sampel Bedak Tabur pada Masing-masing Merek .....	36
3.5.5 Analisis Data .....	37
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>39</b>
4.1 Pemilihan dan Preparasi Sampel .....	39
4.2 Pengaturan Alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA).....	41
4.3 Pembuatan Kurva Standart Timbal (Pb) .....	42
4.4 Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Terbuka.....	45
4.5. Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Tertutup .....	47
4.6 Penentuan Zat Pengoksidasi Terbaik Pada Timbal (Pb) Dalam Sampel .....	48

4.7 Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) Dalam Sampel Bedak Tabur dengan Berbagai Merk .....	53
4.8 Kajian tentang Berhias Menggunakan Bedak Tabur Dalam Perspektif Islam .....	55
<b>BAB V PENUTUP</b> .....	<b>58</b>
5.1 Kesimpulan .....	58
5.2 Saran.....	58
<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	<b>60</b>
<b>LAMPIRAN</b> .....	<b>62</b>



## DAFTAR GAMBAR

2.1	Komponen Spektroskopi Serapan Atom .....	21
4.1	Preparasi Sampel Bedak Tabur.....	40
4.2	Grafik Kurva Standar Logam Timbal (Pb).....	44
4.3	Diagram Perbandingan Perolehan Konsentrasi Pb dalam Larutan Hasil Destruksi Berdasarkan Variasi Metode Destruksi dan Zat Pengoksidasi... 52	
4.4	Diagram Batang Kadar Pb dalam Larutan Hasil Destruksi Sampel Bedak Tabur Berbagai Merk.....	54



## DAFTAR TABEL

2.1	Temperatur Nyala .....	21
2.2	Panjang Gelombang Optimum Untuk Logam Timbal (Pb).....	24
3.1	Variasi Zat Pengoksidasi dan Metode Destruksi.....	32
3.2	Variasi Sampel dan Pengulangan .....	33
3.3	Variasi Metode dan Pengulangan .....	34
4.1	Kondisi Optimum Peralatan SSA Logam Timbal (Pb).....	42
4.2	Data kadar logam timbal (Pb) pada sampel bedak tabur setelah didestruksi menggunakan metode destruksi basah terbuka.....	47
4.3	Data kadar logam timbal (Pb) pada sampel bedak tabur setelah didestruksi menggunakan metode destruksi basah tertutup ( <i>refluks</i> ).....	48
4.4	Hasil Uji <i>Two Way Anova</i> pengaruh Metode Destruksi dan Zat Pengoksidasi terhadap Kadar Logam timbal (Pb) dalam Bedak Tabur.....	52



## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 : Rancangan Penelitian .....	62
Lampiran 2 : Diagram Alir.....	63
Lampiran 3 : Perhitungan.....	67
Lampiran 4 : Dokumentasi.....	79
Lampiran 5 : Hasil Kadar dari SSA .....	81
Lampiran 6 : Hasil Statistik <i>Two Way ANNOVA</i> .....	82



## ABSTRAK

**Kumalawati, Oktrin Rustika. 2016. Analisis Kadar Logam Timbal (Pb) Pada Bedak Tabur Dengan Variasi Zat Pengoksidasi Dan Metode Destruksi Basah Menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Skripsi Jurusan Kimia Fakultas Sains Dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Diana Candra Dewi, Pembimbing Agama: Umayyatus Syarifah, Konsultan: Rif'atul Mahmudah**

Kata Kunci: bedak tabur, destruksi basah tertutup (*refluks*), logam timbal (Pb), Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Bedak tabur merupakan salah satu kosmetik yang berfungsi untuk menjaga riasan terlihat tetap baik dalam waktu lama. Timbal (Pb) yang terkandung dalam bedak tabur berasal dari kontaminasi peralatan produksi saat proses pembuatan. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan metode dan zat pengoksidasi terbaik dalam bedak tabur menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dan mengetahui kadar logam berat timbal pada beberapa merk bedak tabur tersebut.

Penelitian ini meliputi penentuan metode dan zat pengoksidasi terbaik dengan cara mencampurkan semua jenis sampel kemudian didestruksi basah terbuka dan didestruksi basah tertutup (*refluks*) dengan variasi pelarut HNO<sub>3</sub> p.a; HNO<sub>3</sub> p.a. + HClO<sub>4</sub> p.a. (2:1); HNO<sub>3</sub> p.a. + HClO<sub>4</sub> p.a. (3:1); HNO<sub>3</sub> p.a. + HClO<sub>4</sub> p.a. (4:1); HNO<sub>3</sub> p.a. + HClO<sub>4</sub> p.a. (5:1) yang kemudian dianalisis menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Metode dan zat pengoksidasi terbaik yang diperoleh digunakan untuk proses destruksi dalam menganalisis kadar timbal (Pb) pada tiap sampel.

Hasil penelitian menunjukkan metode dan zat pengoksidasi terbaik adalah destruksi basah tertutup (*refluks*) dan zat pengoksidasi terbaik yaitu HNO<sub>3</sub> p.a. + HClO<sub>4</sub> p.a. (2:1). Konsentrasi kadar logam Timbal (Pb) yang telah di analisis pada sampel bedak tabur terdaftar BPOM dengan merk A, B sebesar 18,9 mg/kg; 19,1 mg/kg dan sampel bedak tabur tidak terdaftar BPOM dengan merk C, D sebesar 23,47 mg/kg; 28,9 mg/kg.

## ABSTRACT

**Kumalawati, Oktrin Rustika. 2016. Analysis Of Lead Metal (Pb) Content In Face Powder By Using Variations Of Oxidizing Substance And Wet Destruction Method Using Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS). Undergraduate Thesis Chemistry Department, Faculty of Science And Technology State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Diana Candra Dewi, Religion Supervisor: Umayatus Syarifah, Consultant: Rif'atul Mahmudah**

Keywords: Loose powder, enclosed wet digestion (*reflux*), metallic lead (Pb), Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)

Loose powder is one cosmetic which is created to maintain makeup still looks good for a long time. Lead (Pb) resulting from contamination production equipment during the manufacturing process of the loose powder itself. The purpose of this research is to determine the best methods and oxidizing agent used in loose powder using Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) and determine the levels of heavy metals of lead in some different brands of loose powder.

This research includes determining the best methods and oxidizing agent by mixing all kinds of samples and then applied open wet destruction and enclosed wet destruction (*reflux*) with some variation of solvent HNO<sub>3</sub> p.a; HNO<sub>3</sub> p.a. + HClO<sub>4</sub> p.a. (2:1); HNO<sub>3</sub> p.a. + HClO<sub>4</sub> p.a. (3:1); HNO<sub>3</sub> p.a. + HClO<sub>4</sub> p.a. (4:1); HNO<sub>3</sub> p.a. + HClO<sub>4</sub> p.a. (5:1). The samples are destructed with those solvent and analysed by using Atomic Absorption Spectroscopy (AAS).

The results showed the best method to determine the level of Lead (Pb) in loose powder is an enclosed wet digestion (*reflux*) and the oxidizing agent is HNO<sub>3</sub> p.a. + HClO<sub>4</sub> p.a. (2:1). Concentration of metal content Lead (Pb) which has been analyzed on a sample of powder which have been registered by BPOM with the brand A, B at 18.9 mg/kg; 19.1 mg/kg and samples of the powder which is not registered by BPOM C, D amounted to 23.47 mg/kg; 28.9 mg/kg.

## مستخلص البحث

كومالواتي، اكرين رستيكا. ٢٠١٦. تحليل محتوى المعدني من الرصاص على بودرة التلك بعامل المؤكسد المتنوع وبطريقة الهضم الرطب باستخدام مصيافية الامتصاص الذري. البحث الجامعي. قسم كيمياء كلية العلوم والتكنولوجيا بجامعة مولانا مالك ابراهيم الاسلامي الحكومية بمالانج، المشرفة الاولى: دينا جنديرا دوي الماجستير. المشرف الثاني: عمية الشرفة الماجستير. المستشار: رفعة المحمودة الماجستير.

الكلمات الأساسية: بودرة التلك، هضم الرطب المغلق، محتوى المعدني و مصيافية الامتصاص الذري.

ان بودرة التلك هي احد من مستحضرات التجميل وهناك لديها وظيفة وهي لحفاظة عليها الاثاقة بوقت طويل. واما الرصاص توجد من اختلاط انتاج المعدان حين عملية التصنيع. واما احث وهي لتعيين الطريقة وعامل المؤكسد الجيدة في بودرة التلك باستخدام مصيافية الامتصاص ولمعرفة محتوى المعدني في محتوى المعدني علامات التجارية في بودرة التلك. واما هذا البحث يتكون من تعيين الطريقة المستخدمة في هذا البحث وعامل المؤكسد الجيدة باختلاط كل العينات ثم تهضم بالرطب المفتوح والمغلق باستخدام حمض النترات؛ حمض النترات + حمض البيركريك (١ : ٢)؛ حمض النترات + حمض البيركريك (١ : ٣)؛ حمض النترات + حمض البيركريك (١ : ٤)؛ حمض النترات + حمض البيركريك (١ : ٥). ثم تحليله باستخدام مصيافية الامتصاص الذري. واما النتائج المحسولة في هذا البحث وهي تدل على ان الطريقة المستخدمة الجيدة وهي يهضم الرطب المغلق وعامل المؤكسد الجيدة وهي حمض النترات + حمض البيركريك (١ : ٢). واما التركيز في محتوى المعدني التي تحلل عينتها بعلامات A, B حوالى ٩,١٨ ملغ / كغ ، ١٩,١ ملغ / كغ . واما البودرة بعلامات C, D التلك حوالى ٢٣,٤٧ ملغ / كغ ، ٢٨,٩ ملغ / كغ.

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Berhias merupakan hal yang sering dilakukan terutama oleh kaum wanita. Berhias menurut kamus besar bahasa Indonesia memiliki arti memperelok diri dengan pakaian atau perhiasan yang indah-indah, berdandan, bersolek. Dewasa ini, berhias adalah kebutuhan dasar untuk memperindah penampilan diri baik di lingkungan rumah maupun di luar rumah. Berhias adalah bentuk ekspresi personal yang menegaskan jati diri dan menjadi kebanggaan seseorang.

Hukum asal dari berhias adalah diperbolehkan (mubah), selama tidak ada larangan-larangan syar'i yang membuatnya haram. Hal ini diterangkan oleh Allah SWT dalam Al-Quran surat al A'raf (7):32 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

*Katakanlah: Siapakah yang mengharamkan perhiasan dari Allah Yang telah dikeluarkan-Nya untuk hamba-hamba-Nya dan (siapapulakah 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."*

Lafadz زِينَةٌ (Hudaya, 2014) merupakan kata dasar yang digunakan sebagai kata benda berkaitan dengan makna hiasan. Sebagai kata kerja berkaitan dengan makna bersolek, berdandan, menghiasi, menghias, mendandani, memperhiasi,

membaguskan, merapikan, memperbaiki, perhiasan, penghias, dandanan. Namun, dalam ayat ini yang lebih relevan adalah makna berhias atau mempercantik yang berkaitan dengan kosmetik.

Ayat tersebut menjelaskan bahwa Allah SWT memperbolehkan bagi hamba-Nya menggunakan segala sesuatu yang bagus di dunia, diantaranya adalah berhias dan rezeki yang baik. Hukum wanita berhias adalah diperbolehkan selama tidak ada larangan-larangan syar'i yang membuatnya haram. Menurut KBBI (2002) berhias merupakan suatu pekerjaan yang bertujuan untuk memperindah atau mempercantik diri. Para wanita sering kali berhias menggunakan berbagai macam kosmetik, sehingga wajah tampak lebih cantik.

Kosmetik adalah sediaan atau paduan bahan untuk digunakan pada bagian luar badan (kulit, rambut, kuku) untuk membersihkan, menambah daya tarik, mengubah penampilan, melindungi supaya tetap dalam keadaan baik, memperbaiki bau badan tetapi tidak dimaksudkan untuk mengobati atau menyembuhkan suatu penyakit (Iswari, 2007). Salah satu kosmetik yang digunakan adalah bedak. Bedak adalah jenis kosmetik yang telah digunakan sejak lama untuk tujuan membuat wajah agar lebih menarik dan menutupi bintik-bintik dan noda. Namun, seiring perkembangan zaman, tujuan utama bedak kini dapat menghapus kilau minyak. Penambahan warna seperti warna merah muda, bedak juga dapat digunakan untuk memberikan kesan halus untuk warna kulit atau efek yang sama seperti pewarna pipi (Mitsui, 1997).

Bedak dibagi menjadi dua, salah satunya adalah bedak tabur dan bedak padat. Bedak tabur (*Loose powder*) merupakan produk bedak berupa bubuk yang mana hampir semua bahan baku berupa serbuk dan tidak ada minyak yang

digunakan. Bedak tabur dapat mengurangi kilau pada wajah akibat kulit wajah yang berminyak dan juga mengurangi rasa lengket pada wajah serta menjaga riasan terlihat tetap baik dalam waktu lama dengan mengontrol pengeluaran keringat dan sebum di wajah (Mitsui, 1997).

Seiring perkembangan zaman, logam timbal (Pb) pada bedak tabur berfungsi sebagai pewarna. Banyak beredar bedak tabur yang mengandung logam berat seperti timbal (Pb), dalam hal ini kadar logam timbal (Pb) yang ada pada bedak tabur jika digunakan dalam jangka waktu lama, secara berulang maka akan mengakibatkan keracunan. Keracunan yang ditimbulkan oleh persenyawaan logam Pb dapat masuk melalui perembesan atau penetrasi pada selaput atau lapisan kulit. Penyerapan lewat kulit dapat terjadi karena timbal dapat larut dalam minyak dan lemak (Palar, 2008). Pada pengamatan yang dilakukan, gejala keracunan yang dihasilkan senyawa Pb tergolong dalam keracunan kronis dan akut yang dapat menyebabkan kematian (Palar, 2012). Adanya logam berat pada bedak tabur diduga berasal dari bahan-bahan yang digunakan untuk pembuatan bedak tabur yang tidak murni atau terkontaminasi oleh logam berat atau senyawanya (Supriyadi, 2009). Dalam kosmetik persenyawaan logam Pb biasanya digunakan untuk bahan pewarna. Senyawa yang digunakan untuk warna kuning biasanya  $PbCrO_4$  (Mitsui, 1997). Badan POM (2014) mengatakan "kadar logam timbal (Pb) dalam kosmetik tidak lebih dari 20 mg/kg atau 20 mg/L".

Penentuan kadar logam timbal (Pb) dapat menggunakan metode spektroskopi serapan atom (SSA). Menurut Broekaert (2002) metode analisis menggunakan spektrofotometer serapan atom (*atomic absorption spectrophotometry*, AAS) merupakan metode yang populer untuk analisa logam

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

Penentuan kadar logam pada kosmetik dengan menggunakan metode spektroskopi serapan atom (SSA) terlebih dahulu dilakukan metode destruksi. Destruksi merupakan suatu metode pemecahan senyawa menjadi unsur-unsur yang dapat dianalisis (Kristianingrum, 2012). Menurut Raimon (1993) destruksi bertujuan untuk mengurai bentuk organik dari logam menjadi bentuk logam anorganik. Terdapat dua macam cara destruksi, yaitu destruksi kering dan destruksi basah. Metode destruksi basah lebih baik daripada destruksi kering karena tidak banyak bahan yang hilang dengan suhu pengabuan yang sangat tinggi (Sumardi, 1980:507). Destruksi membutuhkan zat pengoksidasi agar sampel yang digunakan dapat mengoksidasi dari senyawa menjadi unsur yang dapat diteliti. Menurut Twyman (2005), destruksi basah dengan asam sudah digunakan secara luas untuk penyiapan berbagai macam sampel logam. Metode ini sederhana, cepat, dan relatif murah. Umumnya digunakan asam klorida, asam nitrat, asam perklorat, asam fluorida, dan hidrogen peroksida. Selain itu, dapat pula digunakan campuran asam untuk mendapatkan kondisi oksidasi yang lebih baik.

Zat pengoksidasi yang digunakan dalam penelitian ini adalah asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) dan campuran  $\text{HNO}_3$  dengan  $\text{HClO}_4$ . Asam nitrat merupakan zat pengoksidasi utama karena memberikan hasil destruksi terbaik dibandingkan zat pengoksidasi lainnya. Seperti halnya penelitian analisis kadar logam timbal pada bedak tabur sebelumnya menggunakan destruksi kering dengan zat pengoksidasi

HNO<sub>3</sub> pekat 10 mL dengan kadar logam timbal yang diperoleh sebesar 4,6 ppm (Supriyadi, 2009). Asam perklorat merupakan asam yang bersifat oksidator kuat terhadap sampel. Penelitian sebelumnya pada sampel bedak tabur menggunakan destruksi basah dengan zat pengoksidasi HNO<sub>3</sub> p.a dengan HClO<sub>4</sub> p.a (3:1) dengan kadar logam timbal 0,10 ppm (Ekere, 2014). Campuran zat pengoksidasi HNO<sub>3</sub> dan HClO<sub>4</sub> (4:1) pada sampel *facial talcum powder* hasil kadar logam Pb yang diperoleh sebesar 0,41 µg/g (Ullah, dkk: 2013)

Berdasarkan masalah tersebut, maka penelitian ini akan membandingkan antara destruksi basah terbuka dan destruksi basah tertutup (*refluks*) dengan perbedaan jumlah antara larutan HNO<sub>3</sub> p.a 25 mL dan campuran HNO<sub>3</sub> dengan HClO<sub>4</sub> menggunakan variasi volume yaitu HNO<sub>3</sub> p.a : HClO<sub>4</sub> p.a (2:1), (3:1), (4:1) dan (5:1) dengan menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui kadar Pb pada bedak tabur dengan perbedaan jumlah zat pengoksidasi dan variasi metode destruksi menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) yang dapat diketahui kelayakan dari bedak tabur tersebut untuk digunakan oleh masyarakat.

## 1.2 Rumusan Masalah

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

1. Apakah metode dan zat pengoksidasi terbaik analisis timbal dalam bedak tabur menggunakan metode Spektroskopi Serapan Atom (SSA)?
2. Berapa kadar logam berat timbal pada bedak tabur yang diukur dengan menggunakan metode Spektroskopi Serapan Atom (SSA)?

### 1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penulisan proposal penelitian ini adalah :

1. Menentukan metode dan zat pengoksidasi terbaik dalam bedak tabur menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA).
2. Mengetahui kadar logam berat timbal pada beberapa merk bedak tabur yang diukur menggunakan metode Spektroskopi Serapan Atom (SSA).

### 1.4 Batasan Masalah

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

1. Sampel yang digunakan adalah sampel bedak tabur dengan warna yang sama yaitu berwarna kuning.
2. Sampel yang digunakan adalah sampel bedak tabur yang terdaftar BPOM 2 buah dan tidak terdaftar BPOM 2 buah.
3. Zat Pengoksidasi yang digunakan adalah  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HNO}_3 : \text{HClO}_4$  (2:1),  $\text{HNO}_3 : \text{HClO}_4$  (3:1),  $\text{HNO}_3 : \text{HClO}_4$  (4:1) dan  $\text{HNO}_3 : \text{HClO}_4$  (5:1).
4. Metode yang digunakan yaitu destruksi basah terbuka dan tertutup (*refluks*).

### 1.5 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penulisan proposal penelitian ini adalah:

1. Mengetahui metode dan zat pengoksidasi terbaik dalam bedak tabur menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)
2. Mengetahui kadar logam berat timbal pada beberapa merk bedak tabur yang diukur menggunakan metode Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

3. Memberikan informasi tentang bahaya Pb yang terkandung pada bedak tabur.



## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1. Kosmetika**

Kosmetika berasal dari kata *kosmein* (yunani) yang berarti “berhias”. Bahan yang dipakai dalam usaha untuk mempercantik diri ini, dahulu diramu dari bahan-bahan alami yang terdapat disekitarnya. Sekarang kosmetik dibuat manusia tidak hanya dari bahan alami tetapi juga bahan buatan untuk maksud meningkatkan kecantikan (Wasitaatmadja, 1997)

Sejak tahun 1938, di Amerika Serikat dibuat akta tentang defenisi kosmetika yang kemudian menjadi acuan Peraturan Menteri Kesehatan RI No. 220/Menkes/per/X/76 tanggal 6 september 1976 yang menyatakan bahwa : Kosmetika adalah bahan atau campuran bahan untuk digosokkan, dilekatkan, dituangkan, dipercikkan atau disemprotkan pada, dimasukkan ke dalam, dipergunakan pada badan atau bagian badan manusia dengan maksud untuk membersihkan, memelihara, menambah daya tarik atau mengubah rupa, dan tidak termasuk golongan obat. (Wasitaatmadja, 1997)

#### **2.2 Bedak tabur**

Bedak tabur merupakan produk bedak berupa bubuk yang hampir semua bahan baku berupa serbuk dan tidak ada minyak yang digunakan. Bedak tabur dapat mengurangi kilau pada wajah akibat kulit wajah yang berminyak dan juga mengurangi rasa lengket pada wajah serta menjaga riasan terlihat tetap baik dalam waktu lama dengan mengontrol pengeluaran keringat dan sebum di wajah. Pemakaian bedak tabur menggunakan *puff* agar bedak dapat tersebar merata pada wajah. Bahan baku dasar bedak tabur adalah talkum. Selain itu, ditambahkan

bahan-bahan lainnya seperti kaolin dan titanium oksida mempunyai kemampuan menutupi yang baik, zink stearat dan zink miristat untuk adhesi yang baik, serta kalsium karbonat dan magnesium karbonat untuk menyerap keringat dan sebum. Pigmen pewarna dan pigmen mutiara biasanya digunakan untuk meningkatkan warna kulit (Mitsui, 1997).

### 2.3 Komposisi Bedak Tabur

Komposisinya pada bedak tabur adalah (Mitsui, 1997):

#### a. *Talk*

Secara kimiawi, *talk* adalah magnesium silikat ( $3\text{MgO} \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) ini merupakan bahan dasar dari segala macam formulasi bedak modern sifat yang sangat luar biasa adalah mudah menyebar dan kekuatan menutupi yang rendah. Untuk bedak wajah *talk* harus putih dan tidak berbau dengan rasa halus. Tentu saja sifat mudah menyebar yang sangat baik ini adalah yang paling dibutuhkan.

#### b. Kaolin

Warna dari kaolin yang digunakan harus secerah mungkin.

#### c. Kapur (Kalsium Karbonat)

Kalsium karbonat digunakan untuk mengurangi cahaya dari *talk* dan memiliki kekuatan melapisi yang baik. Ini membantu untuk absorpsi parfum dan juga tahan lemak. Dan menyerap keringat. Kapur juga sangat baik untuk memberikan efek berseri-seri ketika bedak wajah digunakan.

#### d. Magnesium karbonat

Sifat yang baik dari magnesium karbonat membuatnya umum digunakan dalam bahan penyusun bedak. Magnesium karbonat memiliki sifat absorben yang baik dan terbukti memiliki sifat mendistribusi parfum yang baik.

Kerapatannya adalah bagian dari lapisan magnesium karbonat, kualitas yang mana memberikan perkembangan pada tipe kehalusan dari bedak.

e. Logam stearat

Zink dan magnesium stearat sejauh ini merupakan bahan yang paling sering digunakan dari logam stearat. Untuk bedak wajah, stearat harus memiliki kualitas yang tinggi untuk mencegah timbulnya keasaman, bau yang tidak diinginkan.

Penggunaan yang berlebihan, stearat dapat menyebabkan noda dan efek jerawat pada kulit. Dalam jumlah yang cukup (4-15%) zink stearat memberikan sifat adheren pada bedak wajah.

f. Zink Oksida, Titanium oksida

Terdapat 2 bahan pengopak yang biasa digunakan dalam formulasi bedak wajah: zink oksida dan titanium dioksida. Terlalu banyak digunakan bahan ini dapat menghasilkan efek seperti topeng yang mana tidak diinginkan; terlalu sedikit membuat bedak tidak dapat menempel pada tubuh.

g. Pati beras

Bahan ini sering digunakan dalam *face powders*. Bahan yang paling sering digunakan adalah pati beras. Bahan ini dianggap dapat memberikan sifat "peach like" pada wajah. Karena partikel sperisnya memberikan rasa lembut pada kulit. Bahan ini memiliki sifat absorpsi dan memiliki sifat menutupi yang baik.

Penggunaan dari amilum telah memberikan masalah mudahnya terdekomposisi oleh bakteri, karena mengandung nutrisi yang cocok untuk bakteri. Sifat mencerahkan dan menjerap adalah yang diberikan dari amilum yang

mana sekarang juga dapat diberikan oleh kalsium karbonat dan senyawa lain dalam formula bedak wajah.

#### h. Silika dan Silikat

Silika dan Silikat dapat berguna dalam bedak wajah untuk menjaga sifat mengalir bebas, walaupun dengan kelembaban yang tinggi. Penggunaan dari silikat halus seperti magnesium trisilikat membantu dalam bedak karena mereka memiliki sifat menyerap yang sangat baik terhadap air dan minyak.

#### i. Bahan pemberi efek pencerahan.

Pigmen sintetik bismut oksiklorida telah dikembangkan untuk menggantikan guanin. Walaupun sensitif terhadap cahaya, bismut oksiklorida cukup dapat beradaptasi untuk digunakan dalam bedak wajah cerah untuk memberikan efek metalik, kilauan seperti mutiara.

#### j. Pewarna

Bahan pewarna adalah dasar dari seni menciptakan bedak wajah yang menampilkan nuansa bayangan yang diinginkan. Pewarna digunakan dalam variasi yang berbeda. Jumlah dari pewarna yang dibutuhkan tergantung besarnya derajat tipe yang digunakan dalam formula. Senyawa kimia yang digunakan untuk pemberi warna kuning pada bedak tabur biasanya  $PbCrO_4$ .

#### k. Pengharum

Pemilihan parfum yang cocok dan sifat efisiennya yang digunakan dalam bedak wajah adalah sangat penting, karena bau dari bedak memiliki peranan yang penting dalam kemampuan penjualan dari produk. Penggunaan parfum yang cocok bukan merupakan prosedur yang mudah, karena permukaan yang sangat luas dari padatan bedak dan kemungkinan reaksi dari parfum dengan bahan-bahan

dasar lainnya. Jika bahan dasar merupakan bahan-bahan yang halus, wangi yang dipilih akan lebih sedikit daripada masalah dalam penyelesaian formulasi bedak wajah.

#### l. *Metallic soap*

*Metallic soap* seperti zinc dan magnesium stearat merupakan bahan yang sangat penting untuk semua produk bedak. Bahan ini membantu dalam hal pelekatan dalam kulit.

#### m. Bahan-bahan lain

Bahan tambahan lain dapat digunakan untuk meningkatkan kelekatan bedak pada kulit, emollient seperti cetyl atau stearyl alkohol, gliseril monostearat, dan bahan lain seperti magnesium myristate, petroleum jelly atau mineral oil pada umumnya ditambahkan dalam jumlah kecil antara 0,5% dan 2%. Jika diinginkan serbuk yang ringan dan memiliki daya adesif yang baik, bahan-bahan seperti minyak mineral yang dienkapsulasi dapat digunakan.

#### n. *Modified starch* (pati yang dimodifikasi)

Kini terdapat *modified starch* yang sangat berguna dalam produk bedak. Pati ini tidak berbau dan tidak menggumpal jika dalam keadaan lembap namun memiliki sifat absorptive untuk air dan minyak. Bahan ini dapat dijadikan sebagai pengganti talc pada produk yang sama., juga bahan ini meningkatkan estetis pada formula dan bereperan dalam absorbs minyak pada kulit, karena bahan ini merupakan serbuk yang *free-flowing* dan mencegah caking. Bahan ini bersifat transparan pada kulit dan mengurangi opasitas formulasi. Dan keuntungan lainnya, adalah, tentunya karena bahan ini merupakan turunan alami.

o. *Mica*

*Mica* bersifat translusen dan memberikan kilau yang baik. Beberapa mica dengan tambahan tertentu sering digunakan. Misalnya dilapisi dengan barium sulfat speris yang akan berdifusi dan memberikan efek focus yang lembut sehingga dapat menyamarkan garis dan kerut.

p. Pengawet

Tujuannya adalah untuk menjaga kontaminasi produk selama pembuatan dan juga selama digunakan oleh konsumen, dimana mikroorganisme dapat mengkontaminasi prouk setiap kali penggunaanya, baik dari tangannya atau dari alat yang digunakan. Bahan- bahan yang digunakan harus menunjukkan terbebas dari mikroorganisme

q. Antioksidan

Penggunaan antioksidan dibutuhkan untuk menjaga beberapa bahan tambahan dari degradasi dan ketengikan. Sejumlah kecil *butylatedhydroxy anisole* (*BHA*), *butylated hydroxy toluene* (*BHT*) atau vitamin E harus digunakan ketika diperlukan.

r. *Fumed Silika*

*Fumed silika* dapat digunakan untuk menurunkan kerapatan *bulk* pada sistem. Ini sangat kering dan tidak nyaman pada kulit, dan kadar penggunaanya harus sanagt rendah, kurang dari 1%.

s. *Micronized Plastics*

*Micronized plastics* seperti polietilen, *polystyrene* dan *nylon* dapat memberikan efek kelembutan pada formula. Partikel ini biasanya berbentuk bulat

dan efek dari bentuk bulatnya yang berperan. Jenis ini dapat digunakan antara 5% dan 10% tapi karena harganya yang sangat mahal maka penggunaannya terbatas.

t. *Walnut Flour*

Bahan alami lainnya, *walnut flour*, kombinasi dengan *nonpearly titanium dioxide/ barium sulfat-coated mica*, direkomendasikan sebagai karakteristik absorpsi minyak yang bagus. Silikat seperti magnesium trisilikat mengandung air yang tinggi dan bahan yang mengabsorpsi minyak dan juga digunakan sebagai pembawa parfum.

#### 2.4 Logam Timbal (Pb)

Logam dapat dibagi menjadi dua bagian yaitu logam esensial dan logam nonesensial. Logam esensial adalah logam yang sangat membantu dalam proses fisiologis makhluk hidup dengan jalan membantu kerja enzim atau pembentukan organ dari makhluk hidup yang bersangkutan. Sebaliknya logam nonesensial adalah logam yang peranannya dalam tubuh makhluk hidup belum diketahui, kandungannya dalam jaringan hewan sangat kecil, dan apabila kandungannya tinggi akan dapat merusak organ-organ tubuh makhluk hidup yang bersangkutan. Logam yang dapat menyebabkan keracunan adalah jenis logam berat. Logam ini termasuk logam yang esensial seperti Cu, Zn, Se dan yang nonesensial seperti Hg, Pb, Cd, dan As (Darmono, 1995).

Timbal adalah sejenis logam yang lunak berwarna abu-abu kebiruan mengkilat serta mudah dimurnikan dari pertambangan. Timbal mudah dibentuk, memiliki sifat kimia yang aktif, sehingga bisa digunakan untuk melapisi logam agar tidak timbul perkaratan. Logam ini termasuk kedalam kelompok logam-logam golongan IV-A pada Tabel Periodik unsur kimia. Logam ini mempunyai

nomor atom 82 dengan bobot atau berat atom 207,2. Timbal meleleh pada suhu 328°C (662°F), dan titik didih 1740°C (3164°F) (Widowati, 2008).

## 2.5 Penggunaan Timbal

Timbal dan persenyawaannya banyak digunakan dalam berbagai bidang. Dalam industri baterai, timbal digunakan sebagai *grid* yang merupakan *alloy* (suatu persenyawaan) dengan logam bismut (Pb-Bi) dengan perbandingan 93:7 (Palar, 2004).

Timbal oksida (PbO<sub>4</sub>) dan logam timbal dalam industri baterai digunakan sebagai bahan yang aktif dalam pengaliran arus elektron. *Alloy* Pb yang mengandung 1% stibium (Sb) banyak digunakan sebagai kabel telepon. *Alloy* Pb dengan 0,15% As, 0,1% Sn, dan 0,1% Bi banyak digunakan untuk kabel listrik (Palar, 2004).

Persenyawaan Pb dengan Cr (*chromium*), Mo (*molibdenum*) dan Cl (*chlor*), digunakan secara luas sebagai pigmen "*chrom*". Pb(OH)<sub>2</sub>.2PbCO<sub>3</sub> untuk mendapatkan warna "timah putih", sedangkan senyawa yang dibentuk dari PbO<sub>4</sub> digunakan untuk mendapatkan warna "timah merah" (Palar, 2004).

Perkembangan industri kimia, dikenal pula zat aditif yang dapat ditambahkan kedalam bahan bakar kendaraan bermotor. Persenyawaan yang dibentuk dari logam Pb sebagai zat aditif ini ada dua jenis, yaitu (CH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>-Pb (tetrametil-Pb) dan (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub>-Pb (tetraetil-Pb) (Palar, 2004). Timbal asetat khususnya digunakan pada proses pencelupan dan pencetakan tekstil, bahan pernis kayu, pabrik pestisida, pabrik cat, reagensia kimia, dan pewarna rambut (Palar, 2004).

## 2.6 Toksisitas Logam Timbal (Pb)

Di dalam tubuh, timbal bisa menghambat aktivitas enzim yang terlibat dalam pembentukan hemoglobin dan sebagian kecil timbal dieksresikan lewat urin atau feses karena sebagian terikat oleh protein, sedangkan sebagian lagi terakumulasi dalam ginjal, hati, kuku, jaringan lemak, dan rambut (Widowati, 2008).

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. Di samping itu, pada 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. Mekanis metoksisitas timbal berdasarkan organ yang dipengaruhinya (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 gastro-intestinal; menyebabkan kolik dan konstipasi.
- Sistem kardiovaskular; menyebabkan peningkatan permeabilitas pembuluh darah.

- Sistem reproduksi berpengaruh terutama terhadap gametotoksisitas atau janin belum lahir menjadi peka terhadap timbal. Ibu hamil yang terkontaminasi timbal bisa mengalami keguguran.
- Sistem endokrin; mengakibatkan gangguan fungsi tiroid dan fungsi adrenal.
- Bersifat karsinogenik dalam dosis tinggi.

## 2.7 Destruksi

Destruksi merupakan suatu perlakuan pemecahan senyawa menjadi unsur-unsurnya sehingga dapat dianalisis atau disebut juga perombakan, yaitu dari bentuk organik logam menjadi bentuk logam-logam anorganik (Kristianingrum, 2012). Metode destruksi merupakan suatu metode yang sangat penting di dalam menganalisis suatu materi (bahan). Metode ini merupakan suatu metode penghancuran atau pelarutan sampel untuk merubah sampel menjadi bahan yang dapat diukur (Raimon, 1993).

### 2.7.1 Destruksi Kering

Destruksi kering merupakan perombakan organik logam di dalam sampel menjadi logam-logam anorganik dengan pengabuan sampel dalam *muffle furnace* dan memerlukan suhu pemanasan tertentu. Destruksi kering membutuhkan suhu tinggi antara 400-800° C pada saat pengabuan atau pemanasan, tetapi suhu ini sangat tergantung pada jenis sampel yang akan dianalisis. Untuk menentukan suhu pengabuan dengan sistem ini terlebih dahulu ditinjau jenis logam yang akan dianalisis (Raimon, 1993).

### 2.7.2 Destruksi Basah

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

Berikut ini adalah reaksi yang terjadi antara logam timbal (Pb) dengan zat pengoksida ( $\text{HNO}_3$ ) (Svehla: 1990):



Destruksi basah memberikan beberapa keuntungan. Suhu yang digunakan tidak dapat melebihi titik didih larutan. Pada umumnya karbon lebih cepat hancur daripada menggunakan cara pengabuan kering. Pengabuan basah pada prinsipnya adalah penggunaan asam nitrat untuk mendestruksi zat organik pada suhu rendah dengan maksud menghindari kehilangan mineral akibat penguapan (Apriyantono, 1989).

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

Menurut Darmono (1995) metode analisis logam dalam makanan dengan menggunakan refluks dilakukan dengan memasukkan sampel ke dalam labu destruksi yang dilengkapi dengan kondensor pendingin yang dialiri air, sampel

didestruksi menggunakan larutan pendestruksi dan dipanaskan pada temperatur 120°C. Kondensor disambungkan kemudian dialiri air mengalir yang berfungsi sebagai pendingin, sehingga uap yang keluar dari tabung akan kembali mengembun masuk kembali ke dalam tabung. Destruksi dilakukan selama 4 jam, kemudian didinginkan dan disaring.

## **2.8 Analisis Kadar Logam Timbal dengan Menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)**

Spektroskopi Serapan Atom (SSA) adalah suatu alat yang digunakan pada metode analisis untuk penentuan unsur-unsur logam dan metaloid yang pengukurannya berdasarkan penyerapan cahaya dengan panjang gelombang tertentu oleh atom logam dalam keadaan bebas (Skoog, dkk., 2000). Metode ini sangat tepat untuk analisis zat pada konsentrasi rendah. Teknik ini mempunyai beberapa kelebihan dibandingkan dengan metode spektroskopi emisi konvensional (Khopkar, 1984).

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

Apabila cahaya dengan panjang gelombang tertentu dilewatkan pada suatu sel yang mengandung atom-atom bebas, maka sebagian cahaya tersebut akan diserap dan intensitas penyerapan akan berbanding lurus dengan banyaknya atom bebas logam yang berada pada sel. Hubungan antara absorbansi dengan



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 molekul, 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) :

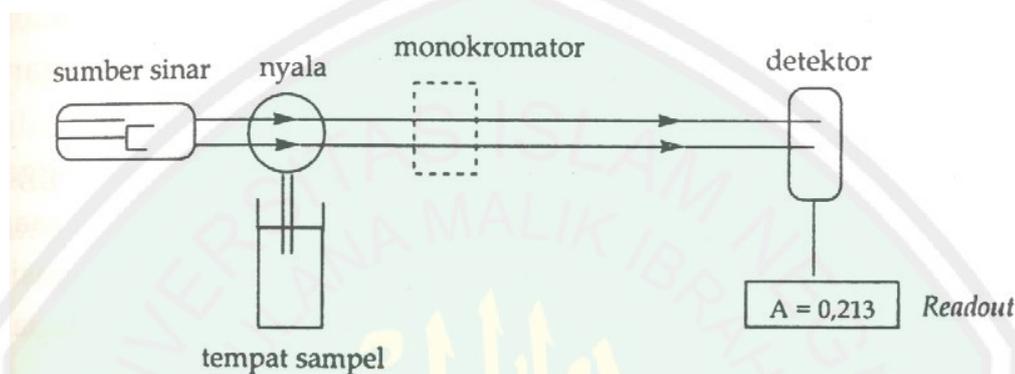
Tabel 2.1 Temperatur Nyala

Bahan Bakar	Oksidan Udara	Oksidasi Oksigen	N <sub>3</sub> O
Hidrogen	2100	2770	-
Asetilen	2200	3050	N <sub>2</sub> 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).

### 2.8.2 Instrumentasi Spektroskopi Serapan Atom (SSA)



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. Tabung logam ini diisi dengan gas mulia (neon atau argon). Bila antara anoda dan katoda diberi selisih tegangan yang tinggi (600 volt), maka katoda akan memancarkan beras-berkas elektron yang bergerak menuju anoda yang mana kecepatannya dan energinya sangat tinggi. Elektron-elektron dengan energi tinggi ini dalam perjalanannya menuju anoda akan bertabrakan dengan gas-gas mulia yang diisikan tadi. Akibat dari tabrakan-tabrakan ini membuat unsur-unsur gas mulia akan kehilangan elektron dan menjadi bermuatan positif. Ion-ion gas mulia yang bermuatan positif ini selanjutnya akan bergerak ke katoda dengan kecepatan dan energi yang tinggi

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

b. Tempat Sampel

Dalam analisis dengan spektrofotometri serapan atom, sampel yang akan dianalisis harus diuraikan menjadi atom-atom netral yang masih dalam keadaan dasar (Rohman, 2007).

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 (Rohman, 2007).

d. Detektor

Detektor digunakan untuk mengukur intensitas cahaya yang melalui tempat pengatoman (Rohman, 2007).

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. Readout 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 (Rohman, 2007).

### 2.8.3 Pengaturan Alat Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

Pada SSA perlu dilakukan pengaturan agar alat tersebut memberikan sensitivitas dan batas deteksi yang akurat terhadap sampel yang akan dianalisis, pengaturan tersebut meliputi (Rohman, 2007) :

- a) Pemilihan persen (%) pada transmisi
- b) Lebar celah (*slith width*)
- c) Kedudukan lampu terhadap *focus slit*
- d) Kemampuan arus lampu *Hallow Cathode*
- e) Kedudukan panjang gelombang
- f) Set monokromator untuk memberikan sinyal maksimum
- g) Pemilihan nyala udara tekanan asetilen
- h) Kedudukan *burner* agar memberikan absorbansi maksimum
- i) Kedudukan atas kecepatan udara tekan
- j) Kedudukan atas kecepatan asetilen

Tabel 2.2 Panjang gelombang Optimum Untuk Logam Timbal (Pb)

(Rohman, 2007) :

Panjang gelombang (nm)	Lebar Celah (nm)	Range kerja ( $\mu\text{g/ml}$ )
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

## 2.9 Validasi Data

Validasi metode analisis adalah proses suatu metode ditetapkan melalui serangkaian uji laboratorium untuk mengetahui bahwa parameter metode yang diuji memenuhi syarat untuk penetapan metode yang dimaksud. Tujuan utama validasi untuk menjamin metode analisis yang digunakan mampu memberikan hasil yang cermat, handal dan dapat dipercaya (Horwitz, 1975).

## 2.10 Uji *Two Way Anova*

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

Analisis variasi *two way anova* 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 variabel perlakuan. Analisis *anova* 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).

### **2.11 Penelitian Tentang Kandungan Logam Berat Timbal (Pb) dalam Kosmetik**

Penelitian sebelumnya oleh Supriyadi (2009) meneliti kadar logam Pb pada bedak tabur dengan metode Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Preparasi sampel menggunakan destruksi basah dengan pengoksidasi HNO<sub>3</sub> pekat. Hasil kadar logam Pb yang diperoleh pada penelitian tersebut sebesar 4,6 ppm. Sedangkan penelitian Mohamed, dkk (2015) mengenai analisis logam Pb dalam kosmetik di Sudan adalah lipstik, bedak tabur dan pelembap wajah. Preparasi sampel menggunakan HNO<sub>3</sub> dengan HCl menggunakan destruksi basah. Hasil kadar logam timbal (Pb) yang diperoleh pada penelitian tersebut untuk lipstik dari 30 sampel menghasilkan konsentrasi sebesar 0,03-3,62 µg/g. Untuk hasil kadar logam timbal (Pb) pada pelembap dari 12 sampel menghasilkan konsentrasi sebesar 0,1-0,17 µg/g. Dan untuk hasil kadar logam timbal (Pb) pada bedak tabur menghasilkan konsentrasi sebesar 0,63 µg/g.

Penelitian Ullah, dkk (2013) yang berjudul “*Comparative Study of Heavy Metals Content in Cosmetic Products of Different Countries marketed in Khyber Pakhtunkhwa, Pakistan*” menggunakan metode destruksi basah dengan pengoksidasi HNO<sub>3</sub> dan HClO<sub>4</sub> perbandingan 4:1. Sampel yang digunakan dengan merk yang sama beda daerah. Daerah yang digunakan pengambilan sampel adalah Damman, Nigeria dan Pakistan Karachi. Hasil kadar logam Pb dalam *Facial*

*talcum powders* di Nigeria adalah antara 0,4-0,41 µg/g. Hasil kadar logam timbal (Pb) dalam shampoo sebesar 3,322 µg/g (Damman), 1,782 µg/g (Dubai) dan 2,30 µg/g (Pakistan). Sedangkan logam timbal (Pb) dalam lipstik sebesar 11,2 µg/g (Tokyo), 2,584 µg/g dan 11,33 µg/g (Pakistan).

Penelitian yang dilakukan oleh Ekere, dkk (2014) berjudul “*Assessment of some heavy metals in facial cosmetic product*” menggunakan destruksi basah dengan pengoksidasi HNO<sub>3</sub> dan HClO<sub>4</sub> (3:1). Hasil kadar logam timbal (Pb) dalam sampel bedak tabur adalah antara 0,10-0,023 µg/g. Hasil kadar logam timbal (Pb) dalam sampel lipstik adalah antara 0,10-2,10 µg/g.

## 2.12 Berhias dalam Perspektif Islam

Hukum asal dari berhias adalah diperbolehkan (mubah). Hal ini diterangkan dalam firman Allah SWT dalam Al-Qur’an Al A’raf (7): 32 berbunyi:

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

“Katakanlah: Siapakah yang mengharamkan perhiasan dari Allah Yang telah dikeluarkan-Nya untuk hamba-hamba-Nya dan (siapapulakah 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.”

Lafadz زِينَةٌ (Hudaya, 2014) merupakan kata dasar yang digunakan sebagai kata benda berkaitan dengan makna hiasan, langsing, ramping, apik, rapi, gaun, rahmat, keanggunan, nikmat, keapikan, doa syukur. Sebagai kata kerja berkaitan

dengan makna bersolek, berdandan, menghiasi, menghias, mendandan, mendandani, memperhiasi, membaguskan, merapikan, memperbagus, perhiasan, penghias, dandanan. Namun dalam ayat ini yang lebih relevan adalah makna berhias atau mempercantik yang berkaitan dengan kosmetik.

Umar bin Khathhab *radliyallaahu ‘anhu* telah berkata :

وَإِيَّاكُمْ وَالتَّنَعُّمَ وَزِيَّ أَهْلِ الشُّرْكِ

“Dan jauhkan dirimu dari bermewah-mewah dan meniru model orang musyrik”  
(HR.Muslim no. 2069)

Dengan demikian, berhias menurut ajaran Islam harus sesuai dengan adab dan tata cara yang Islami. Sehingga perbuatan menghiasi diri, selain membuat penampilan menjadi indah dan menarik, juga mendapat nilai ibadah dari Allah SWT. Contoh adab dalam berhias:

- a. Memakai perhiasan atau alat-alat untuk berhias yang halal dan tidak mengandung efek ketergantungan. Misalnya, alat-alat kecantikan tidak mengandung lemak babi, alkohol tinggi, benda-benda yang mengandung najis dan sebagainya.
- b. Menggunakan alat-alat atau barang-barang hias sesuai kebutuhan dan kepantasan, dan tidak berlebihan. Misalnya, menggunakan lipstik melebihi garis bibir, bedak yang terlalu tebal, parfum yang berbau menyengat, dan sebagainya
- c. Mendulukan anggota sebelah kanan, baru kemudian sebelah kiri
- d. Berhiaslah untuk tujuan ibadah atau kebaikan, misalnya untuk melaksanakan salat, mengaji, belajar, menyabut suami tercinta, dan sebagainya.

- e. Membaca “Basmalah” setiap kali akan memulai berhias, agar mendapatkan berkah dan pahala.
- f. Membaca doa setiap kali menghadap cermin untuk berhias.

Shiddiqi, (2000) menafsirkan bahwa Allah tidak mengharamkan hiasan dan rezeki yang baik, kecuali jika keduanya menghalangi kesempurnaan roh dan kesempurnaan budi. Agama juga tidak menyetujui pendapat yang menciptakan bahwa jalan mendekati diri kepada Allah haruslah ditempuh dengan menjauhkan diri dari hiasan dan makanan-makanan yang baik.

Kosmetik yang dapat merubah secara permanen adalah dilarang (haram), karena hal ini termasuk merubah ciptaan Allah SWT. Sikap seorang wanita merubah ciptaan Allah SWT ini diserupakan dengan wanita yang merubah tampilannya tubuhnya dengan mentato tubuhnya, wanita yang merenggangkan/mengikir giginya dan lain sebagainya (al Anwar, 2013). Rasulullah SAW bersabda;

لَعَنَ رَسُولُ اللَّهِ ص مَ الْوَأَشِمَّةَ وَ الْمُشْتَوِشِمَةَ وَ الْوَأَشِرَةَ وَ الْمُشْتَوِشِرَةَ

Artinya: “Rasulullah SAW melaknat perempuan yang menato dan yang minta ditato, yang mengikir gigi dan yang minta dikikir giginya.” (HR At Thabrani).

Apabila make up berasal dari bahan yang memadharatkan tidak boleh dipergunakan karena agama kita datang untuk kebahagiaan ummat manusia dan menolak segala macam bentuk kemadharatan sebagaimana telah dimaklumi dalam kaedah-kaedah penetapan hukum syari’at islam.

Rasulullah bersabda:

لا ضرر ولا ضرار

“Tidak boleh memadharatkan dan membalas kemadharatan dengan kemadharatan semisalnya” (H.R. Ibnu Majah 2/784)

Berkata Syaikh Muhammad bin Shalih al Utsaimin: “Mengenai make up, jika hal itu bisa menambah kecantikan dan tidak membahayakannya, maka boleh digunakan. Tetapi hal itu dilarang apabila make up membahayakan kulit wajah, mengakibatkan kulit wajah berubah menjadi jelek sebelum masa tuanya. Disarankan kepada para wanita untuk bertanya kepada para dokter tentang hal ini. Jika berita itu benar, maka menggunakan make up itu menjadi haram atau minimal makruh, karena semua yang mengakibatkan kerusakan, adakalanya haram atau adakalanya makruh” (Majmu’ Fatawa Syaikh Muhammad bin Shalih Utsaimin:2/771 – 772 )

Berkata Syaikh Abdullah bin Abdul Aziz bin Baz:

Berkaitan dengan penggunaan bedak untuk kaum wanita, maka perlu adanya perincian:

1. Jika berasal dari bahan yang mubah dan tidak memadharatkan wajah kaum wanita maka tidaklah mengapa.
2. Jika berasal dari sesuatu yang memabukkan atau memadharatkan wajah, membuat wajah berbintik hitam dan lain-lainnya maka tidak diperbolehkan.

Seorang mukmin dan mukminah dilarang melakukan sesuatu yang memadharatkan dirinya baik di wajah ataupun yang lainnya dari anggota badannya.

Kosmetik juga dikatakan haram apabila kosmetik tersebut membahayakan pemakainya. Dalam hal ini pemakaian bedak tabur yang mengandung logam timbal berlebihan. Penggunaan bedak tabur yang mengandung logam timbal berlebih dan dalam jangka waktu lama, secara berulang maka akan mengakibatkan keracunan serta dapat mengakibatkan kanker kulit.

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Pelaksanaan Penelitian**

Penelitian ini akan dilaksanakan pada bulan April-Agustus 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 dalam penelitian ini adalah seperangkat instrumen Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) yang dilengkapi dengan lampu katoda timbal (Pb), peralatan gelas laboratorium, neraca analitik merk Kenko, *hot plate*, lemari asap, seperangkat alat *refluks*, penangas air, gelas arloji, kertas saring whatman nomer 42.

##### **3.2.2 Bahan**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Bedak tabur berwarna kuning dengan merk A, B, C, dan D yang diperoleh dari toko kosmetik sekitar Kota Malang, sedangkan bahan kimia yang digunakan adalah larutan  $\text{HNO}_3$  p.a, larutan  $\text{HClO}_4$  p.a,  $\text{HNO}_3$  0,5 M, aquabidest dan tisu secukupnya

#### **3.3 Rancangan Penelitian**

Penelitian yang bersifat kuantitatif menggunakan Rancangan Acak Kelompok (RAK) faktorial yaitu metode pendestruksinya dan zat pengoksidasinya. Adapun proses penelitian yang dilakukan adalah ditimbang 2 gram sampel bedak tabur dengan neraca analitik, sampel yang digunakan adalah sampel bedak tabur dengan satu warna berbagai merk yaitu merk A, B, C dan D. Kemudian dipanaskan pada suhu  $100^\circ\text{C}$  dengan ditambahkan  $\text{HNO}_3$  p.a dengan

zat pengoksidasi ( $\text{HClO}_4$ ) kemudian dihomogenkan, sehingga diperoleh larutan jernih. Larutan jernih dimasukkan dalam labu ukur 100 mL, ditambahkan  $\text{HNO}_3$  1 M hingga tanda batas. 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  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  konsentrasi 0,5 mg/L ; 1,0 mg/L ; 1,5 mg/L ; 2,0 mg/L ; 2,5 mg/L. Kemudian masing-masing larutan standar diukur absorbansinya dan dibuat kurva absorbansi versus konsentrasi. Data yang diperoleh dianalisis dengan analisa ragam varians ANNOVA untuk mengetahui pengaruh merk sampel dan konsentrasi terhadap kadar logam timbal pada bedak tabur.

### **3.4 Tahapan Penelitian**

Tahapan-tahapan penelitian ini sebagai berikut:

1. Teknik Pengambilan Sampel
2. Pembuatan Kurva Baku Standar Logam Pb
3. Penentuan Destruksi Basah dan Zat Pengoksidasi yang Terbaik dalam Analisis Logam Timbal pada Bedak Tabur
4. Analisis logam Timbal (Pb) pada Variasi Sampel dengan Metode Destruksi Basah yang Terbaik
5. Analisa Data

### **3.5 Cara Kerja**

#### **3.5.1 Teknik Pengambilan Sampel**

Sampel bedak tabur diambil dari toko kosmetik di Kota Malang dengan ketentuan adalah sampel bedak tabur warna kuning dengan berbagai merk yaitu

merk A, B, C dan D. Dua merk terdaftar BPOM dan dua merk tidak terdaftar BPOM.

### 3.5.2 Pembuatan Kurva Baku Standar Logam Pb

Larutan standar  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  1000 mg/L dibuat dari padatan. Padatan Pb 1,5 g dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL dan diencerkan sampai tanda batas sehingga diperoleh larutan standar Pb 1000 mg/L. Kemudian diambil 1 mL Pb dari larutan Pb 1000 mg/L dan dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL. Kemudian di tandabatkan sehingga diperoleh larutan standar Pb 10 mg/L. Kemudian dari larutan dijadikan masing-masing 0,1 mg/L ; 0,2 mg/L ; 0,4 mg/L ; 0,8 mg/L dan 1,4 mg/L dengan cara memindahkan 0,5 mL; 1 mL; 2 mL; 4 mL; dan 7 mL larutan baku 10 mg/L kedalam labu ukur 50 mL, kemudian diencerkan sampai tanda batas. Diperoleh 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 pada Bedak Tabur

Penelitian ini menggunakan destruksi basah tertutup dan terbuka. Adapun langkah-langkah yang digunakan dengan metode destruksi basah terbuka adalah ditimbang 0,5 gram masing-masing sampel, lalu dicampurkan semua sampel sampai homogen. Diambil 0,5 gram dari sampel yang sudah homogen. Ditambahkan  $\text{HNO}_3$  p.a 25 mL dengan variasi pengoksidasi dan dihomogenkan. Selanjutnya dipanaskan dengan *hot plate* dengan suhu  $100^\circ\text{C}$  sampai volume berkurang setengah dari volume semula. Kemudian sampel disaring menggunakan kertas saring Whatman No.42. Kemudian diencerkan dengan  $\text{HNO}_3$  0,5 M dalam

labu ukur 20 mL dan ditandabatkan. Kemudian hasilnya dianalisis dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang 217 nm.

Langkah-langkah yang dilakukan destruksi basah tertutup adalah ditimbang sebanyak 0,5 gram masing-masing sampel, lalu campurkan semua sampel sampai homogen. Diambil 0,5 gram sampel yang sudah homogen. Ditambahkan HNO<sub>3</sub> p.a 25 mL dengan variasi pengoksidasi kemudian dihomogenkan. Selanjutnya dipanaskan dengan *refluks* dengan suhu 100°C selama 3 jam. Kemudian didinginkan sampai suhu kamar. Kemudian disaring menggunakan kertas saring Whatman No.42. Kemudian sampel diencerkan menggunakan HNO<sub>3</sub> 0,5 M dalam labu ukur 50 mL dan ditandabatkan. Kemudian hasilnya dianalisis dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang 217 nm.

Berikut ini variasi zat pengoksidasi yang digunakan dengan dua metode yang berbeda seperti pada tabel 3.1

**Tabel 3.1 Variasi Zat Pengoksidasi dan Metode Destruksi**

Larutan Metode	HNO <sub>3</sub> (L <sub>1</sub> )	HNO <sub>3</sub> dan HClO <sub>4</sub> (2:1) (L <sub>2</sub> )	HNO <sub>3</sub> dan HClO <sub>4</sub> (3:1) (L <sub>3</sub> )	HNO <sub>3</sub> dan HClO <sub>4</sub> (4:1) (L <sub>4</sub> )	HNO <sub>3</sub> dan HClO <sub>4</sub> (5:1) (L <sub>5</sub> )
Tertutup (T <sub>1</sub> )	T <sub>1</sub> L <sub>1</sub>	T <sub>1</sub> L <sub>2</sub>	T <sub>1</sub> L <sub>3</sub>	T <sub>1</sub> L <sub>4</sub>	T <sub>1</sub> L <sub>5</sub>
	T <sub>1</sub> L <sub>1</sub>	T <sub>1</sub> L <sub>2</sub>	T <sub>1</sub> L <sub>3</sub>	T <sub>1</sub> L <sub>4</sub>	T <sub>1</sub> L <sub>5</sub>
	T <sub>1</sub> L <sub>1</sub>	T <sub>1</sub> L <sub>2</sub>	T <sub>1</sub> L <sub>3</sub>	T <sub>1</sub> L <sub>4</sub>	T <sub>1</sub> L <sub>5</sub>
Terbuka (T <sub>2</sub> )	T <sub>2</sub> L <sub>1</sub>	T <sub>2</sub> L <sub>2</sub>	T <sub>2</sub> L <sub>3</sub>	T <sub>2</sub> L <sub>4</sub>	T <sub>2</sub> L <sub>5</sub>
	T <sub>2</sub> L <sub>1</sub>	T <sub>2</sub> L <sub>2</sub>	T <sub>2</sub> L <sub>3</sub>	T <sub>2</sub> L <sub>4</sub>	T <sub>2</sub> L <sub>5</sub>
	T <sub>2</sub> L <sub>1</sub>	T <sub>2</sub> L <sub>2</sub>	T <sub>2</sub> L <sub>3</sub>	T <sub>2</sub> L <sub>4</sub>	T <sub>2</sub> L <sub>5</sub>

### 3.5.4 Analisis logam Timbal (Pb) dalam Sampel Bedak Tabur Pada Masing-Masing Merek

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

Adapun langkah-langkah yang digunakan dengan metode destruksi basah adalah ditimbang 0,5 gram sampel, lalu ditambahkan  $\text{HNO}_3$  p.a 25 mL dengan zat pengoksidasi dan dihomogenkan. Selanjutnya dipanaskan dengan suhu  $100^\circ\text{C}$  sampai volume berkurang setengah dari volume semula. Kemudian sampel disaring menggunakan kertas Whatman No.42. Kemudian diencerkan dengan  $\text{HNO}_3$  0,5 M dalam labu ukur 50 mL dan ditandabatkan. Kemudian hasilnya dianalisis dengan spektroskopi Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang 217 nm.

Berikut ini variasi zat pengoksidasi yang digunakan dengan 3 kali ulangan seperti pada Tabel 3.3

Tabel 3.2 Variasi sampel dan pengulangan

	Ulangan	Ulangan	Ulangan	Ulangan
Sampel	Pertama ( $U_1$ )	Kedua ( $U_2$ )	Ketiga ( $U_3$ )	
Sampel A ( $S_1$ )	$S_1U_1$	$S_1U_2$	$S_1U_3$	
Sampel B ( $S_2$ )	$S_2U_1$	$S_2U_2$	$S_2U_3$	
Sampel C ( $S_3$ )	$S_3U_1$	$S_3U_2$	$S_3U_3$	
Sampel D ( $S_4$ )	$S_4U_1$	$S_4U_2$	$S_4U_3$	

### 3.5.5 Analisa Data

Data yang diperoleh dalam penelitian ini adalah kadar logam timbal (Pb) hasil destruksi basah dengan hubungan antara Konsentrasi dengan Absorbansi. Sehingga nilai yang didapat adalah *Slope* dan *Intersep*. Kemudian data dimasukkan kedalam 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* dan a adalah *Intersep*.

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

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

Dimana,

Fp = Faktor pengenceran (L)

B = kadar yang terbaca instrumen (mg/L)

W = berat sampel (g)

Tabel 3.3 Variasi metode dan pengulangan

Larutan Metode	HNO <sub>3</sub> (L <sub>1</sub> )			HNO <sub>3</sub> p.a dan HClO <sub>4</sub> p.a (2;1) (L <sub>2</sub> )			HNO <sub>3</sub> p.a dan HClO <sub>4</sub> p.a (3;1) (L <sub>3</sub> )			HNO <sub>3</sub> p.a dan HClO <sub>4</sub> p.a (4;1) (L <sub>4</sub> )			HNO <sub>3</sub> p.a dan HClO <sub>4</sub> p.a (5:1) (L <sub>5</sub> )		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
Ulangan (U)															
Tertutup (T <sub>1</sub> )															
Terbuka (T <sub>2</sub> )															

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

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

Dimana:

KTP = Kuadrat Tengah Perlakuan

KTG= Kuadrat Tengah Galat

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian yang berjudul analisis kadar logam timbal (Pb) pada bedak tabur dengan variasi zat pengoksidasi dan metode destruksi basah menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA) ini dilakukan dengan beberapa tahapan seperti: Teknik Pengambilan Sampel, pengaturan alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA), pembuatan kurva baku standar logam timbal (Pb), preparasi sampel menggunakan metode destruksi, penentuan zat pengoksidasi terbaik pada timbal (Pb) dalam sampel bedak tabur, penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam sampel bedak tabur dengan merk berbeda, dan analisis data yang diperoleh dari hasil penelitian.

#### 4.1 Pemilihan dan Preparasi Sampel

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah bedak tabur. Bedak tabur yang digunakan berjumlah empat, dengan keterangan dua sampel merk A dan B terdaftar BPOM dan dua sampel merk C dan D tidak terdaftar BPOM dengan warna masing-masing sampel sama (mirip) yaitu kuning kecoklatan. Metode pengambilan sampel dilakukan secara *random non probability*, yakni pemilihan sampel yang didasarkan pada pertimbangan-pertimbangan *non-random*, seperti kesesuaian sampel dengan kriteria yang dirumuskan peneliti sesuai dengan batasan dan tujuan penelitian. Bedak tabur yang digunakan adalah bedak tabur yang digunakan untuk berhias atau mempercantik bagian wajah (*loose powder*). Alasan pemilihan bedak tabur (*loose powder*) karena bedak tabur dengan tipe ini sering digunakan wanita dewasa pada umumnya untuk mempercantik wajahnya. Logam timbal (Pb) pada bedak tabur berfungsi sebagai pewarna. Senyawa kimia yang digunakan untuk pemberi warna kuning pada bedak tabur biasanya  $\text{PbCrO}_4$ .

Banyak beredar bedak tabur yang mengandung logam berat seperti timbal (Pb), dalam hal ini kadar logam timbal (Pb) yang ada pada bedak tabur jika digunakan dalam jangka waktu lama, secara berulang maka akan mengakibatkan keracunan. Keracunan yang ditimbulkan oleh persenyawaan logam Pb dapat masuk melalui perembesan atau penetrasi pada selaput atau lapisan kulit. Penyerapan lewat kulit dapat terjadi karena timbal dapat larut dalam minyak dan lemak.

Preparasi sampel (Gambar 4.1) dilakukan dengan menimbang tiap sampel bedak tabur, masing-masing merk seberat 10 g kemudian dicampur sampai merata menggunakan sendok plastik dan wadah plastik. Tujuan pencampuran untuk mengetahui kadar timbal (Pb) secara umum dari bedak tabur. Sampel tersebut selanjutnya disimpan dalam wadah tertutup untuk menjaga dari kontaminasi bahan-bahan lainnya. Sampel yang telah direparasi akan digunakan untuk penentuan metode destruksi dan zat pengoksidasi terbaik dalam analisis kadar timbal (Pb) secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA).



Gambar 4.1 Preparasi Sampel Bedak Tabur

#### 4.2 Pengaturan Alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam bedak tabur dilakukan dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA), karena waktu pengerjaan yang cepat, sensitif, dan sangat spesifik untuk logam-logam yang akan dianalisis. Pengaturan alat bertujuan agar diperoleh populasi atom pada tingkat dasar yang paling banyak dalam nyala api yang dilewati oleh radiasi. Atom-atom akan menyerap tenaga radiasi yang khas, sehingga berubah kedalam keadaan tereksitasi. Semakin banyak atom pada keadaan dasar maka radiasi yang diserap makin banyak pula, sehingga akan diperoleh serapan maksimal.

Metode Spektroskopi Serapan Atom (SSA) berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom akan menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu, bergantung pada sifat unturnya. Logam timbal (Pb) akan menyerap pada panjang gelombang 217 nm, yang merupakan panjang gelombang paling kuat menyerap garis untuk transisi elektronik dari tingkat dasar ke tingkat eksitasi. Cahaya panjang gelombang ini mempunyai cukup energi untuk mengubah tingkat elektronik atom timbal (Pb) sehingga menghasilkan garis spektrum yang tajam dengan intensitas yang maksimum.

Optimasi alat bertujuan untuk mencari kondisi optimum suatu alat untuk menghasilkan respon terbaik. Optimasi Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dilakukan dengan memvariasikan nilai parameter dari alat tersebut. Kondisi optimum analisis suatu unsur diperoleh dengan mengukur serapan maksimum unsur tersebut pada setiap perubahan parameter panjang gelombang, arus lampu, lebar celah, laju alir cuplikan, laju alir asetilen dan tinggi pembakar.

Tabel 4.1 Kondisi Optimum Peralatan SSA Logam Timbal (Pb)

Parameter	Satuan	Timbal (Pb)
Panjang gelombang	Nm	217
Laju Alir Asetilen	L/menit	2,0
Laju Alir Udara	L/menit	10,0
Kuat Arus HCl	$\mu\text{A}$	10,0
Lebar Celah	Nm	1,0
Tinggi Burner	Nm	2,0

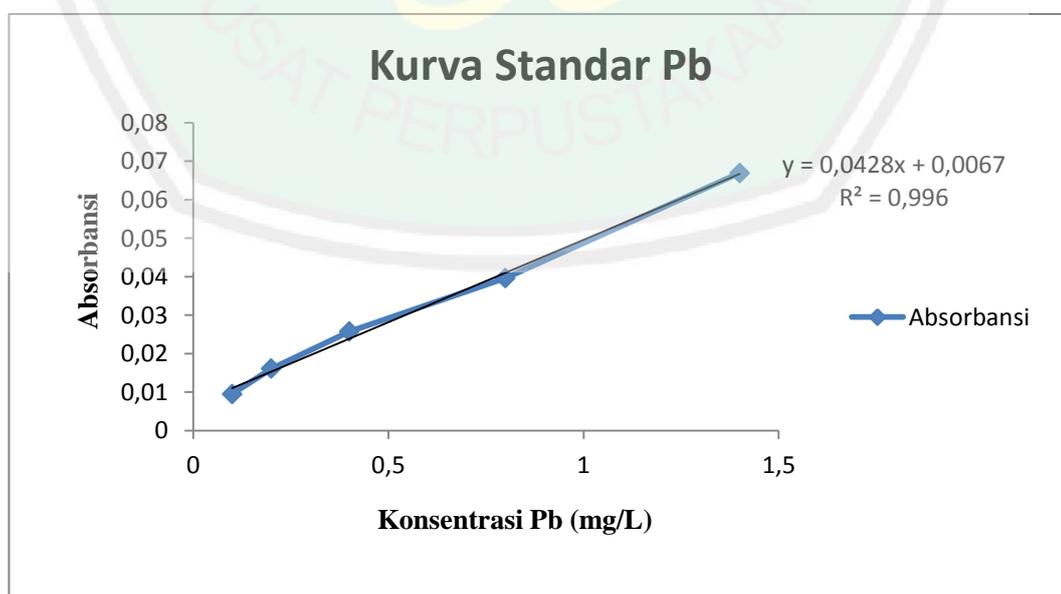
Tinggi pembakar yang digunakan untuk analisis logam timbal (Pb) dengan SSA sebesar 2,0 Nm. Optimasi tinggi pembakar digunakan untuk mendapatkan populasi atom yang terbanyak sehingga pembakaran tepat pada lintasan energinya. Optimasi laju alir gas pembakar dan oksidan sangat berpengaruh pada suhu pengatoman. Apabila gas pembakar untuk energi pengatoman kurang maka akan dihasilkan pengatoman yang kurang sempurna. Laju alir gas pembakar yang paling baik digunakan 10,0 L/menit.

#### 4.3 Pembuatan Kurva Standart Timbal (Pb)

Kurva standar merupakan kurva yang dibuat dari sederetan larutan standar yang masih dalam batas linieritas sehingga dapat diregresilinierkan (Rohman, 2007). Pembuatan kurva standar bertujuan mengetahui hubungan antara konsentrasi larutan dengan nilai absorbansinya sehingga konsentrasi sampel dapat diketahui. Pembuatan larutan standar diawali dengan membuat larutan standar timbal (Pb) 10 mg/L dengan cara memindahkan 1 mL larutan stock 1000 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan sampai tanda batas. Pembuatan dilanjutkan membuat larutan standar timbal (Pb) 0,1 mg/L ; 0,2 mg/L ; 0,4 mg/L ; 0,8 mg/L dan 1,4 mg/L dengan cara memindahkan 0,5 mL; 1 mL; 2 mL; 4 mL; dan 7 mL larutan baku 10 mg/L kedalam labu ukur 50 mL, kemudian diencerkan sampai tanda batas.

Kurva standar menyatakan hubungan antara berkas radiasi sinar yang diabsorpsi, absorbansi (A) dengan konsentrasi (C) dari serangkaian zat standar yang telah diketahui konsentrasinya. Berdasarkan hukum *Lambert-Beer* absorbansi akan berbanding lurus dengan konsentrasinya. Artinya, apabila konsentrasi tinggi maka nilai absorbansi juga tinggi, begitupun sebaliknya jika konsentrasi rendah maka absorbansinya juga rendah.

Kurva standar dibuat berdasarkan hukum *Lambert-Beer*, sehingga dari perhitungan regresi linier yaitu  $y = ax + b$ , dapat ditarik garis lurus. Keabsahan kurva kalibrasi yang dihasilkan dapat diuji dengan menentukan harga koefisien korelasi ( $r^2$ ) yang menyatakan ukuran kesempurnaan hubungan antara konsentrasi larutan standar dengan absorbansinya yang dinyatakan dalam suatu garis lurus. Metode ini dapat menggambarkan kemampuan suatu alat untuk memperoleh hasil pengujian yang sebanding dengan kadar analitik alat tersebut dalam sampel uji pada rentang konsentrasi tertentu (Arifin, 2006). Kurva kalibrasi larutan standar logam timbal (Pb) dapat dilihat pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Grafik Kurva Standar Logam Timbal (Pb)

Berdasarkan Gambar 4.2 menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi semakin besar pula absorbansi, sehingga persamaan dari kurva standar logam timbal (Pb) didapatkan persamaan linier  $y = 0,0428x + 0,0067$ , dimana  $y$  adalah absorbansi,  $b$  adalah slope,  $x$  adalah konsentrasi, sedangkan  $a$  adalah intersep. Uji linieritas merupakan metode untuk membuktikan hubungan linier antara konsentrasi analit yang sebenarnya dengan respon alat. Hubungan linieritas antara absorbansi dengan konsentrasi analit dapat ditunjukkan dengan nilai koefisien korelasi ( $r$ ). model persamaan regresi linier yang terbentuk dari gambar 4.2 diatas adalah:  $y = 0,0428x + 0,0067$ , dengan nilai linearitas  $R^2 = 0,996$ . Hasil ini sesuai dengan *Hukum Lambert-Beer* karena nilai linearitas yang diperoleh telah memenuhi syarat yang ditetapkan, yakni  $R^2 > 0,98$ , artinya alat instrumen Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dalam kondisi baik dan persamaan garis lurus yang diperoleh dapat digunakan untuk menghitung konsentrasi sampel karena terdapat hubungan yang linier antara konsentrasi (C) dengan absorbansi (A).

Sensitivitas yang diperoleh dari pembuatan kurva standar timbal (Pb) ditunjukkan dengan nilai *slope* (kemiringan) sebesar 0,0428. Nilai tersebut menunjukkan setiap perubahan konsentrasi (sumbu  $x$ ) akan memberikan perubahan terhadap nilai absorbansi (sumbu  $y$ ) sebesar 0,0428.

#### 4.4 Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Terbuka

Destruksi basah merupakan jenis metode destruksi terbuka yang umum digunakan dalam analisis logam. Perbedaan mendasar dari kedua metode tersebut adalah proses pemutusan atau perombakan zat organik dalam sampel. Destruksi basah menggunakan bantuan zat pengoksidasi dan pemanasan pada suhu tertentu. Kelebihan lain dari metode destruksi basah ini karena pengerjaannya lebih

sederhana, oksidasi terjadi secara kontinyu dan cepat, serta unsur-unsur yang diperoleh mudah larut sehingga dapat ditentukan dengan metode analisa tertentu.

Zat pengoksidasi yang digunakan dalam metode destruksi basah ini adalah asam nitrat dan asam perklorat, dengan variasi sebagai berikut  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$  (2:1),  $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$  (3:1),  $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$  (4:1),  $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$  (5:1). Tujuan dari variasi zat pengoksidasi ini untuk menentukan larutan asam pengoksidasi yang paling efektif untuk menganalisis kadar logam timbal (Pb) pada bedak tabur sehingga diperoleh kadar yang maksimal.

Sampel ditambahkan dengan jenis variasi zat pengoksidasi yang telah ditentukan yaitu  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$  (2:1),  $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$  (3:1),  $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$  (4:1),  $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$  (5:1). Selanjutnya sampel didestruksi di atas *hot plate* pada suhu  $100^\circ\text{C}$  sampai larutan berkurang setengahnya dan dihasilkan larutan yang berwarna bening. Pemanasan dilakukan untuk mempercepat proses pemutusan ikatan senyawa kompleks antara logam timbal (Pb) dengan senyawa organik yang terdapat pada bedak tabur tersebut. Proses pemanasan dilakukan pada suhu  $100^\circ\text{C}$ , di bawah titik didih asam nitrat  $121^\circ\text{C}$  untuk mencegah penguapan yang terlalu banyak pada saat proses destruksi. Selama pemanasan, sampel diaduk dengan pengaduk gelas agar sampel mudah larut dan memaksimalkan hasil destruksi.

Proses destruksi diakhiri setelah didapatkan larutan yang bening, selanjutnya sampel diencerkan menggunakan  $\text{HNO}_3$  0,5 M ke dalam labu ukur 20 mL. Pengenceran dilakukan pada konsentrasi tertentu sebab larutan sampel harus berada dalam matriks yang identik dengan larutan standar sehingga didapatkan kondisi yang ideal untuk analisis (Rohman, 2007). Pengenceran bertujuan untuk

mendapatkan volume larutan yang presisi dan menghindari adanya bahaya pada instrumen yang diakibatkan oleh larutan hasil destruksi yang masih pekat. Larutan hasil destruksi selanjutnya dianalisis menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dengan metode kurva standar yang dapat digunakan kembali untuk menganalisis sampel selanjutnya (*recall*), sehingga dapat dibandingkan hasil pembacaan suatu kurva terhadap kedua zat pengoksidasi tersebut dengan ditinjau dari kestabilan data hasil destruksinya.

Berikut adalah data kadar sampel bedak tabur setelah didestruksi menggunakan metode destruksi basah terbuka dengan masing-masing variasi zat pengoksidasi dan dianalisis menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA):

Variasi Zat Pengoksidasi	Rata-rata kadar timbal (Pb) (mg/kg)
HNO <sub>3</sub> + HClO <sub>4</sub> (2:1)	17,6
HNO <sub>3</sub> + HClO <sub>4</sub> (3:1)	16,55
HNO <sub>3</sub> + HClO <sub>4</sub> (4:1)	13,30
HNO <sub>3</sub> + HClO <sub>4</sub> (5:1)	12,10
HNO <sub>3</sub>	11,76

Tabel 4.2 Data kadar logam timbal (Pb) pada sampel bedak tabur setelah didestruksi menggunakan metode destruksi basah terbuka

#### 4.5 Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Tertutup

Destruksi basah tertutup (*refluks*) memiliki prinsip perombakan senyawa organik dalam sampel yang hampir sama dengan destruksi basah terbuka, hanya

saja sistem komponennya menggunakan sistem tertutup. Proses destruksi basah tertutup (*refluks*) juga dilakukan perlakuan yang sama dengan destruksi basah terbuka. Kelebihan dari metode ini yakni, meminimalisir kehilangan analit berupa logam yang volatil, sehingga dengan sistem tertutup dapat memaksimalkan proses destruksi.

Perubahan warna larutan dari kuning keruh menjadi kuning jernih terjadi saat proses destruksi berlangsung. Gelembung gas  $\text{NO}_2$  disekitar labu alas bulat yang keluar mengindikasikan adanya proses oksidasi sampel yang disebabkan oleh pemanasan. Sistem dalam labu alas bulat mengalami reaksi eksotermis dimana sistem melepaskan kalor ke lingkungannya. Kalor yang terlepas akan diterima dan didinginkan oleh kondensor. Sistem dalam kondensor tersebut mengalami reaksi endotermis, dimana sistem menerima kalor dari lingkungannya.

Proses destruksi dihentikan apabila diperoleh larutan yang jernih, yang mengindikasikan bahwa ikatan logam pada sampel telah terputus, sehingga diperoleh analit berupa Pb ionik. Akibat dekomposisi bahan organik oleh asam nitrat, senyawa organik dalam sampel yang berikatan dengan logam timbal (Pb) akan terlepas, kemudian diubah ke dalam bentuk garamnya menjadi Logam  $(\text{NO}_3)_x$  yang mudah larut dalam air.

Berikut adalah data kadar sampel bedak tabur setelah didestruksi menggunakan metode destruksi basah tertutup (*refluks*) dengan masing-masing variasi zat pengoksidasi dan dianalisis menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA):

Variasi Zat Pengoksidasi	Rata-rata kadar timbal (Pb) (mg/kg)

$\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (2:1)	33,47
$\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (3:1)	28,2
$\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (4:1)	26,7
$\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (5:1)	25,4
$\text{HNO}_3$	24,9

Tabel 4.3 Data kadar logam timbal (Pb) pada sampel bedak tabur setelah didestruksi menggunakan metode destruksi basah tertutup (*refluks*)

#### 4.6 Penentuan Zat Pengoksidasi Terbaik Pada Timbal (Pb) Dalam Sampel

Keberhasilan penelitian dalam penentuan kadar logam menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) tergantung pada pemilihan metode destruksi dan zat pengoksidasi yang tepat. Analisis sampel menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) pada umumnya dalam bentuk larutan, sehingga senyawa-senyawa organik dalam sampel mudah untuk didestruksi. Beberapa hal yang perlu diperhatikan untuk pemilihan metode destruksi dan zat pengoksidasi yang tepat, yaitu jenis sampel yang akan dianalisis, ukuran sampel, dan unsur-unsur yang akan dianalisis.

Larutan sampel hasil destruksi mengandung logam timbal (Pb) dalam bentuk garam. Larutan ini kemudian diubah menjadi aerosol dan berdisosiasi menjadi bentuk atom-atomnya ( $M^{\circ}$ ). Beberapa atom akan tereksitasi secara termal oleh nyala, tetapi kebanyakan atom tetap tinggal sebagai atom netral pada tingkat energi terendah (*ground state*). Atom-atom yang berada pada tingkat energi terendah ini kemudian menyerap cahaya yang dipancarkan oleh sumber sinar.

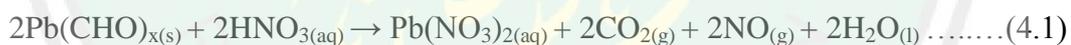
Senyawa organik yang menempel pada logam yakni  $\text{Pb}(\text{CH}_2\text{O})$  pada saat di destruksi menggunakan  $\text{HNO}_3$  akan menjadi  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  sehingga memiliki bilangan oksidasi +2. Selanjutnya sampel hasil destruksi akan masuk pada

*nebulizer* yang kemudian akan dikabutkan yang berarti  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  menyebar, tidak berkumpul menjadi satu. Selanjutnya sampel akan masuk pada burner, nitrat tersebut kembali diuapkan dan Pb menjadi atom. Berikut adalah reaksi atomisasi  $\text{Pb}^{+2}$  yang memiliki bilangan oksidasi +2 berubah menjadi Pb tidak bermuatan:



Penelitian tentang analisis kadar logam timbal (Pb) dalam bedak tabur ini menggunakan variasi zat pengoksidasi berupa  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$  (2:1),  $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$  (3:1),  $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$  (4:1),  $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$  (5:1). Senyawa organik dalam sampel bedak tabur akan mengalami pemutusan ikatan apabila sudah ditambah dengan zat pengoksidasi. Asam nitrat merupakan zat pengoksidasi yang umum digunakan karena sifat asamnya yang kuat dan dapat melarutkan logam timbal (Pb).

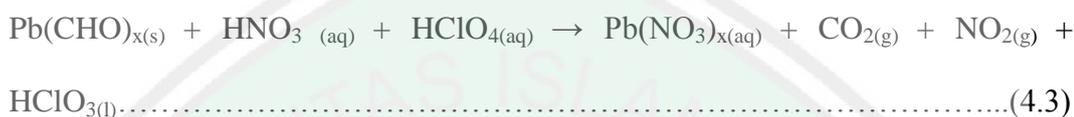
Reaksi yang terjadi ketika sampel didestruksi dengan asam nitrat sebagai berikut:



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



Dalam penelitian ini juga digunakan  $\text{HClO}_4$  untuk membantu mendestruksi sampel. Larutan pengoksidasi  $\text{HClO}_4$  dapat memaksimalkan pemutusan logam timbal dari senyawa organik yang ada dalam sampel yang tidak dapat tereduksi oleh larutan  $\text{HNO}_3$ . Reaksi yang terjadi sebagai berikut:



Pada  $\text{HClO}_4$  akan mengalami reduksi dengan  $\text{HClO}_3$  yang berawal memiliki bilangan oksidator +7 menjadi +5 sehingga bersifat oksidator. Kemudian pada  $\text{HNO}_3$  mengalami reduksi dengan  $\text{NO}$ . Kelarutan perklorat umumnya larut dalam air. Kalium perklorat adalah salah satu dari yang paling sedikit larut dan natrium perklorat adalah salah satu dari yang paling banyak larut (Vogel, 1990). Penggunaan dua jenis asam kuat berupa  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{HClO}_4$  sebagai zat pengoksidasi akan meningkatkan kekuatan asam, sehingga proses destruksi berlangsung maksimal. Penggunaan kombinasi asam sebagai zat pengoksidasi lebih menguntungkan jika dibandingkan dengan asam tunggal karena kombinasi asam akan memberikan kekuatan asam yang lebih baik, khususnya untuk melarutkan logam-logam yang terdapat dalam sampel organik dan mendegradasi sampel organik.

Masing-masing jenis metode destruksi dan zat pengoksidasi akan memberikan hasil analisis yang berbeda. Pengaruh suhu sistem antara destruksi terbuka dan tertutup juga akan berdampak pada konsentrasi yang diserap oleh Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Penelitian ini telah membuktikan adanya

pengaruh metode destruksi dan zat pengoksidasi dengan perbedaan hasil analisis yang signifikan.

Uji statistik *Two Way Anova* pada penelitian ini dilakukan untuk mengetahui signifikansi pengaruh metode destruksi dan zat pengoksidasi pada penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam bedak tabur. Uji statistik dengan *Two Way Anova* ini menggunakan tingkat kepercayaan hasil uji 95%, kemudian dilakukan pengujian dengan hipotesis:

1.  $H_0$  = tidak ada pengaruh metode destruksi basah dan zat pengoksidasi terhadap kadar logam timbal (Pb).
2.  $H_1$  = adanya pengaruh metode destruksi basah dan zat pengoksidasi terhadap kadar logam timbal (Pb).

Penentuan  $H_0$  atau  $H_1$  yang diterima maka aturan yang harus diikuti adalah sebagai berikut:

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

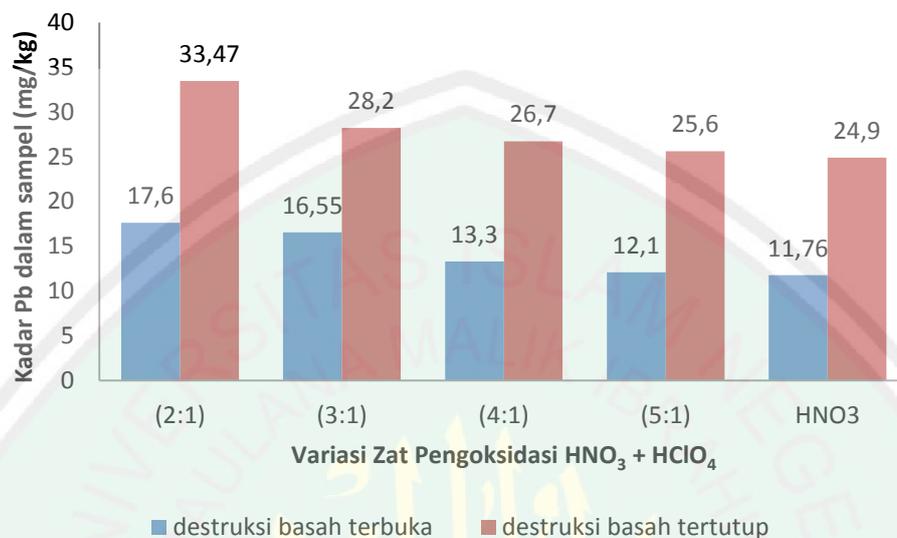
Tabel 4.4 Hasil Uji *Two Way Anova* pengaruh Metode Destruksi dan Zat Pengoksidasi terhadap Kadar Logam timbal (Pb) dalam Bedak Tabur

Source	Sum of Squares	<i>df</i>	Mean Square	<i>Fhitung</i>	<i>ftabel</i>
metode*variasi	13,436	4	3,359	2,808	2,39
Error	46,155	20	2,308		
Total	14,927,611	30			

Keterangan: *df* = derajat kebebasan

Berdasarkan tabel 4.2 dengan menggunakan tingkat kesalahan 0,05, maka diperoleh nilai  $F_{hitung} = 2,808$ , sedangkan  $F_{tabel} = 2,39$ . Nilai  $F_{hitung}$  (2,808)  $> F_{tabel}$  (2,39), maka sesuai aturan  $H_0$  ditolak dan  $H_1$  diterima, artinya terdapat

pengaruh yang signifikan dengan adanya variasi metode destruksi dan zat pengoksidasi dari penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam bedak tabur.



Gambar 4.3 Diagram Perbandingan Perolehan Konsentrasi Pb dalam Larutan Hasil Destruksi Berdasarkan Variasi Metode Destruksi dan Zat Pengoksidasi

Gambar 4.3 diatas menunjukkan hubungan antara variasi zat pengoksidasi dan metode destruksi dengan konsentrasi kadar logam timbal (Pb).

Dari diagram batang diatas dapat dilihat bahwa hasil destruksi pada metode destruksi basah terbuka kadar logam timbal (Pb) yang diperoleh lebih kecil dibandingkan dengan hasil destruksi pada metode destruksi basah tertutup. Hal ini dikarenakan pada metode destruksi terbuka terjadi penguapan larutan pendestruksi sehingga mengalami perubahan volume hingga setengahnya, ini berpengaruh pada kemampuan larutan tersebut mendestruksi sampel tidak maksimal. Berbeda halnya dengan destruksi basah tertutup. Pada metode ini tidak mengalami perubahan volume larutan pendestruksi karena sistem yang digunakan tertutup sehingga destruksi dapat dilakukan dengan maksimal, hasil destruksi basah tertutup (*refluks*) dapat mengurangi gangguan dari unsur lain atau zat

pengotor dan membuat konsentrasi unsur yang terdapat dalam sampel berada dalam batas-batas yang diperlukan.

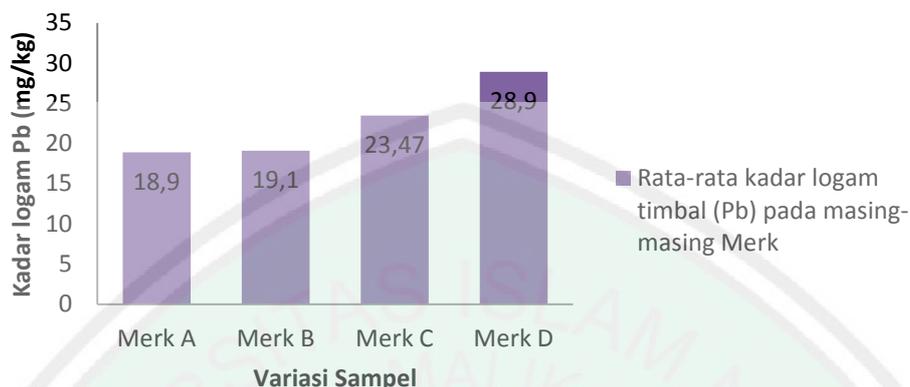
Zat pengoksidasi terbaik untuk analisis logam timbal (Pb) dalam sampel bedak tabur baik itu menggunakan destruksi basah tertutup (*refluks*) maupun terbuka yaitu  $\text{HNO}_3$  p.a. +  $\text{HClO}_4$  p.a. (2:1), berdasarkan konsentrasi timbal (Pb) terukur yang paling tinggi. Penggunaan variasi pelarut lebih efektif dalam mendestruksi suatu sampel.  $\text{HClO}_4$  merupakan asam yang lebih kuat dibandingkan dengan  $\text{HNO}_3$ , sehingga kemampuan mengoksidasinya lebih kuat. Nilai pKa pada  $\text{HClO}_4$  sebesar -7 yang mana lebih kecil daripada  $\text{HNO}_3$  sebesar -1,3. Semakin kecil nilai pKa maka keasaman semakin tinggi.

#### **4.7 Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) Dalam Sampel Bedak Tabur dengan Berbagai Merk**

Metode destruksi dan zat pengoksidasi terbaik yaitu metode destruksi tertutup (*refluks*) dengan  $\text{HNO}_3$  p.a. +  $\text{HClO}_4$  p.a. (2:1) digunakan untuk mendestruksi masing-masing sampel yaitu merk A, B sampel terdaftar BPOM dan C, D sampel tidak terdaftar BPOM. Konsentrasi logam timbal (Pb) dari masing-masing sampel diuji dengan tiga kali pengulangan prosedur agar diperoleh akurasi dan kevalidan data.

Diagram batang berikut merupakan perolehan konsentrasi rata-rata logam timbal (Pb) dalam larutan hasil destruksi pada masing-masing sampel bedak tabur dengan metode destruksi basah tertutup (*refuks*) dan zat pengoksidasi  $\text{HNO}_3$  p.a. +  $\text{HClO}_4$  p.a. (2:1).

### Rata-rata kadar logam timbal (Pb) pada masing-masing Merk



Gambar 4.4 Diagram Batang Kadar Pb dalam Larutan Hasil Destruksi Sampel Bedak Tabur Berbagai Merk.

Berdasarkan Gambar 4.4 dapat diketahui bahwa konsentrasi rata-rata logam timbal (Pb) dalam larutan hasil destruksi pada bedak tabur dengan merk A dan B terdaftar BPOM sebesar 18,9 mg/kg dan 19,1 mg/kg. Hasil destruksi pada bedak tabur dengan merk C dan D tidak terdaftar BPOM sebesar 23,47 mg/kg dan 28,9 mg/kg.

Dari keempat sampel yang dianalisis yaitu bedak tabur terdaftar BPOM dan tidak terdaftar BPOM, sampel yang tidak terdaftar BPOM mengandung logam timbal (Pb) yang melebihi batas maksimum kosmetik yang ditetapkan Badan POM 2014 dimana kadar logam timbal (Pb) dalam kosmetik tidak lebih dari 20 mg/kg atau 20 mg/L, sehingga tidak layak untuk digunakan.

Terdeteksinya logam timbal (Pb) didalam bedak tabur dikatakan kontaminasi karena timbal (Pb) merupakan logam yang berbahaya bagi tubuh. Logam timbal (Pb) pada bedak tabur selain berasal sebagai pewarna, juga berasal dari kontaminasi peralatan produksi saat proses pembuatan. Bedak tabur tidak

terdaftar BPOM ketika diaplikasikan pada kulit wajah terlihat lebih halus dan tahan lama, dibandingkan dengan pemakaian bedak tabur terdaftar BPOM.

#### **4.8 Kajian tentang Berhias Menggunakan Bedak Tabur dalam Perspektif Islam**

Berhias bagi wanita adalah diperbolehkan. Hal ini telah diterangkan dalam Al-Quran surat al A'raf (7): 32, yang menjelaskan bahwa Allah SWT memperbolehkan bagi hamba-Nya yang beriman segala sesuatu yang bagus di dalam kehidupan dunia dan memperbolehkan bersenang-senang dengan segala sesuatu yang ada di dunia ini. Shiddiqi, (2000) menafsirkan ayat tersebut bahwa Allah tidak mengharamkan hiasan dan rezeki yang baik, kecuali jika keduanya menghalangi kesempurnaan roh dan kesempurnaan budi. Menurut Beliau agama juga tidak menyetujui pendapat yang menetapkan bahwa jalan mendekati diri kepada Allah haruslah ditempuh dengan menjauhkan diri dari hiasan dan makan-makanan yang baik. Ayat tersebut merupakan nash qur'ani yang menerangkan bahwa seorang muslim dan muslimah diperbolehkan untuk bersenang-senang dengan menggunakan segala bentuk hiasan. Sebagaimana Allah SWT. menunjukkan bahwa hukum asal segala makanan, pakaian, perhiasan adalah mubah. Sehingga dapat disimpulkan bahwa hukum asal wanita yang berhias dengan menggunakan hiasan apapun dan dengan sifat apapun adalah diperbolehkan (mubah).

Tafsir lain, dari Tafsir Ibnu Katsir (2006) menafsirkan bahwa firman Allah SWT dalam surat al A'raf (7): 32 tersebut sebagai bantahan terhadap orang-orang yang mengharamkan beberapa makanan, minuman atau perhiasan berdasarkan pendapat diri mereka sendiri bukan berdasarkan syari'at Allah SWT. Semua

perhiasan itu telah diciptakan bagi orang-orang yang beriman dan beribadah kepada Allah SWT dalam kehidupan di dunia.

Ulama' ahli ushul fiqh mengatakan bahwa pada dasarnya hukum asal segala sesuatu itu adalah halal, hingga datang dalil yang merubah hukumnya menjadi haram. Terdapat beberapa hal yang menjadikan berhias diharamkan, diantaranya adalah berhias dengan kosmetik yang berbahan berbahaya atau kosmetik yang memberikan pengaruh secara permanen.

Bedak tabur merupakan salah satu produk kosmetik yang diduga mengandung bahan berbahaya. Bahan berbahaya tersebut diantaranya logam berat timbal (Pb). Logam timbal (Pb) terdapat dalam bedak tabur digunakan sebagai pewarna yakni  $PbCrO_4$ , dalam hal ini kadar logam timbal (Pb) yang ada pada bedak tabur jika digunakan berlebih dan dalam jangka waktu lama, secara berulang maka akan mengakibatkan keracunan.

Analisis tentang kadar logam timbal (Pb) dalam sampel bedak tabur dilakukan untuk mengetahui kadar logam timbal (Pb) pada bedak tabur yang sering digunakan oleh masyarakat terutama wanita dewasa sebagai dasar untuk mempercantik wajah. Analisis ini dilakukannya pada sampel yang terdaftar BPOM dan tidak terdaftar BPOM.

Berdasarkan hasil penelitian yang telah diperoleh, analisis logam timbal (Pb) dalam sampel bedak tabur yang terdaftar BPOM adalah tidak melebihi batas maksimal yang ditentukan Badan POM tahun 2014 dimana kadar logam timbal (Pb) dalam kosmetik tidak lebih dari 20 mg/kg. Sementara analisis logam timbal (Pb) dalam sampel bedak tabur yang tidak terdaftar BPOM adalah melebihi batas maksimal yang ditentukan Badan POM tahun 2014. Kosmetik yang mengandung

bahan berbahaya tidak diperbolehkan, karena agama Islam datang untuk kebahagiaan umat manusia dan menolak segala sesuatu yang berbentuk kemadharatan (berbahaya).

Seorang mukmin dilarang melakukan sesuatu yang memadharatkan dirinya baik pada wajahnya atau pada anggota badan lainnya. Bedak tabur yang mengandung timbal (Pb), selain membahayakan juga dapat merubah tampilan kulit wajah misal kulit wajah akan mengalami bintik-bintik hitam dan memerah karena iritasi, bahkan dapat menyebabkan kanker kulit.



## **BAB V**

### **PENUTUP**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan hasil penelitian analisis kadar logam timbal (Pb) pada bedak tabur dengan variasi zat pengoksidasi dan metode destruksi basah menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Variasi metode destruksi dan Zat pengoksidasi terbaik adalah destruksi basah tertutup (refluks) dengan zat pengoksidasi  $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$  (2:1) dengan nilai konsentrasi timbal (Pb) yang paling tinggi yaitu 33,47 mg/kg.
2. Kosentrasi kadar logam Timbal (Pb) yang telah di analisis pada sampel bedak tabur terdaftar BPOM dengan merk A, B sebesar 18,9 mg/kg dan 19,1 mg/kg. Sedangkan hasil kadar timbal (Pb) pada bedak tabur tidak terdaftar BPOM dengan merk C dan D sebesar 23,47 mg/kg dan 28,9 mg/kg. Sesuai dengan peraturan yang telah ditetapkan BPOM tahun 2014, maka bedak tabur dengan merk A, B masih layak digunakan karena kadar logam timbal (Pb) yang terkandung tidak melebihi ambang batas yang telah ditetapkan. Akan tetapi untuk bedak tabur dengan merk C, D tidak layak digunakan karena kadar logam timbal (Pb) yang terkandung melebihi ambang batas yang telah ditetapkan.

#### **5.2 Saran**

1. Perlu dilakukannya penelitian lebih lanjut dengan menggunakan variasi zat pengoksidasi  $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$  (1:1) pada sampel kosmetik lainnya.
2. Perlu dilakukannya penelitian lebih lanjut terhadap kandungan logam timbal (Pb) pada kosmetik lainnya menggunakan metode destruksi *microwave*.

3. Perlu dilakukan pengawasan lebih ketat terhadap produk kosmetik mengandung logam berat yang beredar di masyarakat.



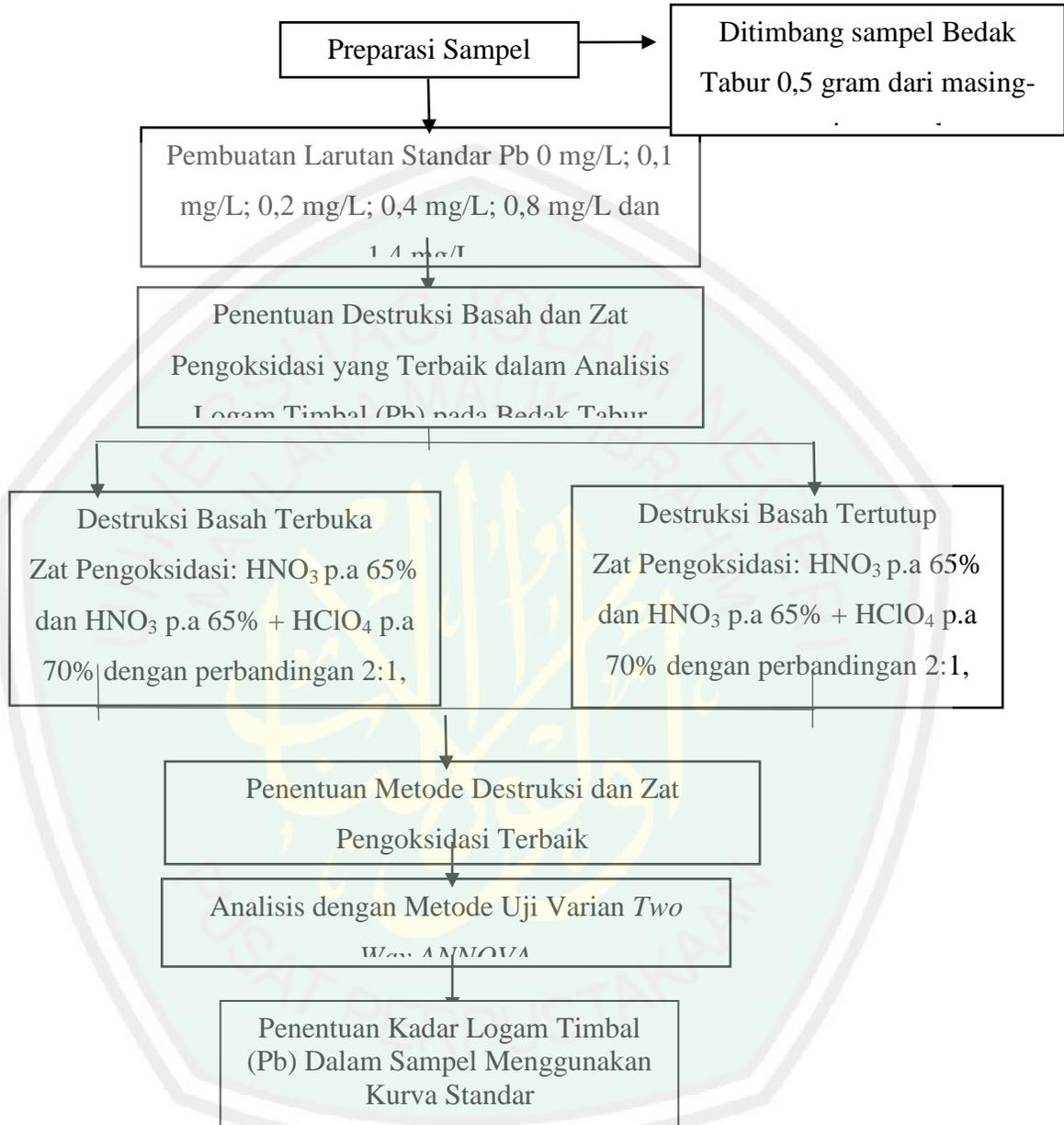
## DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah. 2006. Tafsir Ibnu Katsir Jilid 3. Jakarta: Pustaka Ibnu Katsir
- Alwi, Hasan. 2005. Kamus Besar Bahasa Indonesia Edisi Ketiga. Jakarta: Balai Pustaka
- Apriyantono, A., D. Fardiaz, N. L. Puspitasari, Sedamawati dan S. Budiyanto. 1989. Analisis Pangan. PAU Pangan dan Gizi. IPB Press.
- Arifin, Z., Darmono, Agus., S dan Rina P. 2006. Validasi Analisis Logam Tembaga (Cu) dan Timbal (Pb) dalam Jagung dengan Cara Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Seminar Nasional Teknologi Peternakan dan Veteriner. Jakarta: Universitas Pancasila.
- BPOM. 2014. Peraturan Perundang-undangan Tentang Persyaratan Cemarkan Mikroba dan Logam Berat dalam Kosmetik. Jakarta: Badan POM.
- Broekaert, J.A.C. 2005. Analytical Atomic Spectrometry with Flames and Plasmas. Wiley-VCH, Darmstadt.
- Darmono. 1995. Logam Dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup. Jakarta: UI-Press
- Day, Jr, R. A dan Underwood, A. L. 1989. Analisis Kimia Kuantitatif. Jakarta: Erlangga.
- Ekere, dkk. 2014. Assessment of some heavy metals in facial cosmetic products. 6(8): 561-564
- Iswari, T. R. 2007. Buku Pegangan Ilmu Pengetahuan Kosmetik. Gramedia Pustaka Utama, Jakarta.
- Horwitz, W. Alan, S., Helen, R., Douglas, LP. 1975. Official Methods of Analysis of the AOAC, 12<sup>th</sup> edition. AOAC, Washington DC.
- Hudaya, M. 2014. Terjemah Al-Qur'an Tafsir Hadits Surah Ayat Tajwid Hukum Fiqh. Artikel Islam. (Online). (<http://www.bismillahku.blogspot.co.id/>). Diakses tanggal 3 September 2016
- Khopkar, S M. 2008. Konsep Dasar Kimia Analitik. Jakarta : UI Press.
- Mitsui, T. 1997. New Cosmetic Science. Edisi Kesatu. Amsterdam: Elsevier Science B.V.Hal. 13,19-21.
- Palar. 2004. Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat. Jakarta: Rineka Cipta.

- Raimon. 1993. Perbandingan Metode Destruksi Basah dan Kering Secara Spektrofotometri Serapan Atom. Yogyakarta: Lokarya Nasional. Jaringan Kerjasama Kimia Analitik Indonesia
- Rohman, A. 2007. Kimia Farmasi Analisis. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Shiddieqy, T. 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.
- Supriyadi, 2009. Analisis Logam timbal dan Krom pada Bedak Tabur Secara Spektrofotometri Serapan Atom. *Jurnal Kimia Analisis dan Teknik Kimia, Fakultas Teknik USB*.
- Svehla G. 1990. Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro. Jakarta : PT. Kalman Media Pustaka.
- Twyman, R. M. 2005. Atomic Emission Spectrometry. United Kingdom: Elsevier Ltd.
- Ullah, H. 2013. Comparative Study of Heavy Metals Content in Cosmetic Products of Different Countries Marketed in Khyber Pakhtunkhwa Pakistas. *Arabian Journal of Chemistry* : 1-9.
- Wasitaatmadja, Sjarif. 1997. Penuntun Ilmu Kosmetik Medik. Jakarta: Universitas Indonesia Press.
- Widowati, H. 2008. Pengaruh Kadar Logam Cd, Pb Terhadap Perubahan Warna Batang dan Daun Sayuran. *El Hayah* 1 (4) :167-173.

**LAMPIRAN**

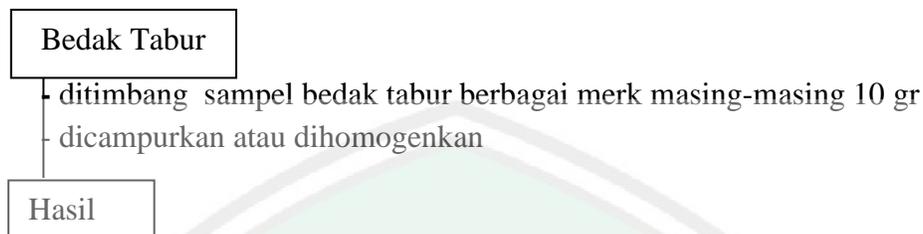
**Lampiran 1: Rancangan Penelitian**



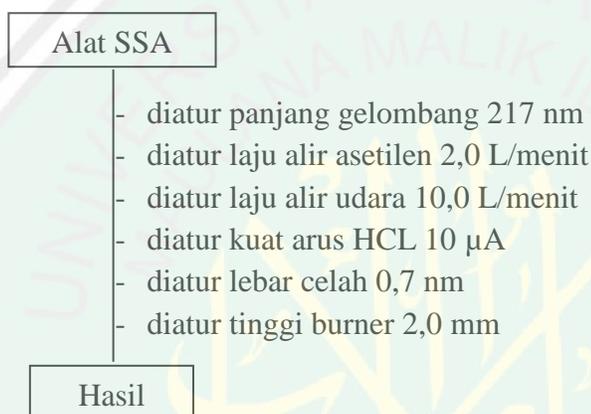
## LAMPIRAN

## Lampiran 2. Skema Kerja

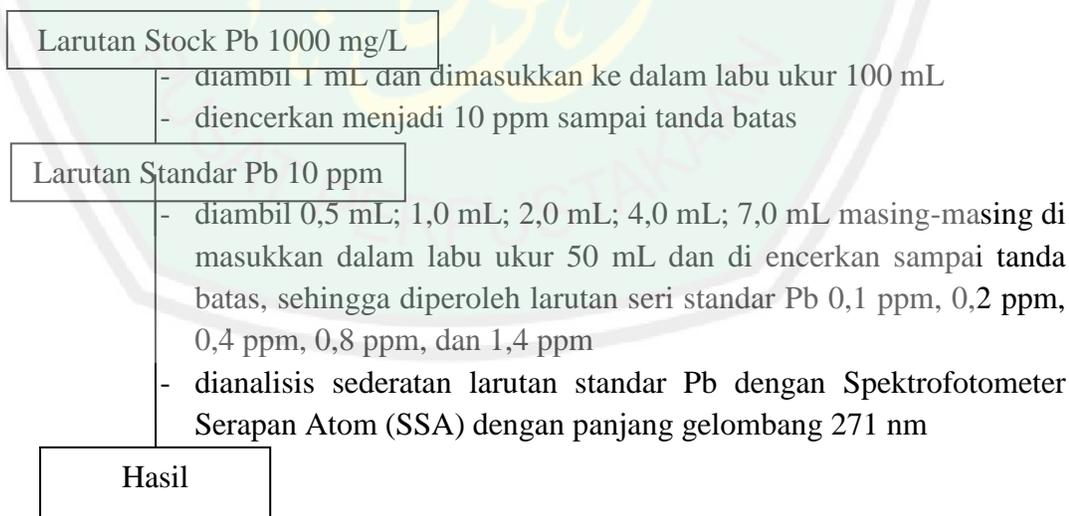
## 1. Preparasi Sampel



## 2. Pengaturan Alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) Logam Pb

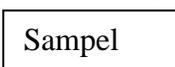


## 3. Pembuatan Larutan Standar Logam Timbal (Pb)



## 4. Preparasi Sampel Menggunakan Variasi Metode Destruksi

## ➤ Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Terbuka



- ditimbang 0,5 gram sampel bedak tabur hasil preparasi
- dimasukkan kedalam beaker glass 50 mL
- ditambahkan dengan 25 mL HNO<sub>3</sub> 65% p.a
- dipanaskan sampai volume berkurang setengahnya diatas *hotplate* pada suhu 100° C
- didinginkan larutan sampai suhu kamar
- disaring dengan kertas saring *Whatman* No.42
- dimasukkan kedalam labu takar 20 mL
- diencerkan dengan HNO<sub>3</sub> 0,5 M sampai tanda batas
- diukur kadar logam timbal (Pb) dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Hasil

➤ **Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Tertutup (*Refluks*)**

Sampel

- ditimbang 0,5 gram sampel bedak tabur hasil preparasi
- dimasukkan kedalam beaker glass 50 mL
- ditambahkan 25 mL HNO<sub>3</sub> 65% p.a
- dipanaskan sampai volume berkurang setengahnya diatas *hotplate* pada suhu 100 °C
- didinginkan larutan sampai suhu kamar
- disaring menggunakan kertas saring *Whatman* No.42
- dimasukkan dalam labu ukur 20 mL
- diencerkan dengan HNO<sub>3</sub> 0,5 M sampai tanda batas
- diukur kadar logam timbal (Pb) dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Hasil

**5. Penentuan Oksidator terbaik Pada Timbal (Pb) Dalam Sampel**

Sampel

- dilakukan pengulangan dengan jenis larutan oksidator yang berbeda pada destruksi basah. Sehingga didapatkan variasi seperti tabel berikut:

Metode	Larutan		Perbandingan	Larutan Pengencer
	HNO <sub>3</sub>	HClO <sub>4</sub>		
Destruksi basah terbuka	25 mL	-	-	HNO <sub>3</sub> 0,5 M
	16,7 mL	8,4 mL	2:1	HNO <sub>3</sub> 0,5 M
	18,75 mL	6,75 mL	3:1	HNO <sub>3</sub> 0,5 M
	20 mL	5 mL	4:1	HNO <sub>3</sub> 0,5 M
	20,8 mL	4,2 mL	5:1	HNO <sub>3</sub> 0,5 M
Destruksi basah tertutup	25 mL	-	-	HNO <sub>3</sub> 0,5 M
	16,7 mL	8,4 mL	2:1	HNO <sub>3</sub> 0,5 M
	18,75 mL	6,75 mL	3:1	HNO <sub>3</sub> 0,5 M
	20 mL	5 mL	4:1	HNO <sub>3</sub> 0,5 M
	20,8 mL	4,2 mL	5:1	HNO <sub>3</sub> 0,5 M

- diukur kadar logam timbal (Pb) dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)
- dianalisis dengan metode uji varian *Two Way ANOVA* untuk mengetahui apakah penggunaan metode destruksi dan variasi zat pengoksidasi terbaik mempunyai pengaruh dalam pembacaan konsentrasi

Hasil

## 6. Analisis Logam Timbal (Pb) dalam Sampel Bedak Tabur Pada Masing-Masing Merk

Sampel

- ditimbang 0,5 gram dari masing-masing sampel
- dilakukan analisis dengan menggunakan metode destruksi terbaik dan larutan oksidator terbaik yang telah diperoleh
- dilakukan uji kadar timbal (Pb) dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)
- dilakukan pengukuran sebanyak 3 kali ulangan.

Hasil



## LAMPIRAN

### Lampiran 3. Perhitungan

#### 1. Pembuatan Larutan Stok 1000 ppm Pb<sup>2+</sup> dari persenyawaan Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>

$$Mr \text{ Pb(NO}_3)_2 = 331,2 \text{ g/mol}$$

$$Ar \text{ Pb} = 207,19 \text{ g/mol}$$

$$\begin{aligned} W &= \frac{Mr \text{ Pb(NO}_3)_2}{Ar \text{ Pb}} \times 1000 \text{ mg} \\ &= \frac{331,29 \text{ g/mol}}{207,19 \text{ g/mol}} \times 1000 \text{ mg} \\ &= 1598,97 \text{ mg} = 1,59897 \text{ gr} \end{aligned}$$

Sehingga larutan stok 1000 ppm Pb<sup>2+</sup> dibuat dengan cara ditimbang 1,5 gr

Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> kemudian dilarutkan dalam aquades sampai volume 100 mL.

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

##### a. Pembuatan larutan 1000 ppm menjadi 10 ppm dalam 100 mL

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

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

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

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

Jadi, larutan standar 10 mg/L dibuat dengan memipet 1 mL larutan stok 1000 mg/L yang diencerkan dalam labu ukur 100 mL dengan HNO<sub>3</sub> 0,5 M hingga tanda batas.

##### b. Pembuatan larutan standar 0,1 mg/L

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

Jadi, larutan standar 0,1 mg/L dibuat dengan memipet 0,5 mL larutan 10 mg/L yang diencerkan dalam labu ukur 50 mL dengan HNO<sub>3</sub> 0,5 M hingga tanda batas.

**c. Pembuatan larutan standar 0,2 mg/L**

$$\begin{aligned}
 V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\
 V_1 \times 10 \text{ mg/L} &= 1,0 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\
 V_1 &= \frac{0,2 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{10 \text{ mg/L}} \\
 V_1 &= 1,0 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

Jadi, larutan standar 0,2 mg/L dibuat dengan memipet 1 mL larutan 10 mg/L yang diencerkan dalam labu ukur 50 mL dengan HNO<sub>3</sub> 0,5 M hingga tanda batas.

**d. Pembuatan larutan standar 0,4 mg/L**

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

Jadi, larutan standar 0,4 mg/L dibuat dengan memipet 2,0 mL larutan 10 mg/L yang diencerkan dalam labu ukur 50 mL dengan HNO<sub>3</sub> 0,5 M hingga tanda batas.

**e. Pembuatan larutan standar 0,8 mg/L**

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

Jadi, larutan standar 0,8 mg/L dibuat dengan memipet 4,0 mL larutan 10 mg/L yang diencerkan dalam labu ukur 50 mL dengan HNO<sub>3</sub> 0,5 M hingga tanda batas.

#### Pembuatan larutan standar 1,4 mg/L

$$\begin{aligned}
 V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\
 V_1 \times 10 \text{ mg/L} &= 1,4 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\
 V_1 &= \frac{1,4 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{10 \text{ mg/L}} \\
 V_1 &= 7,0 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

Jadi, larutan standar 1,4 mg/L dibuat dengan memipet 7,0 mL larutan 10 mg/L yang diencerkan dalam labu ukur 50 mL dengan HNO<sub>3</sub> 0,5 M hingga tanda batas.

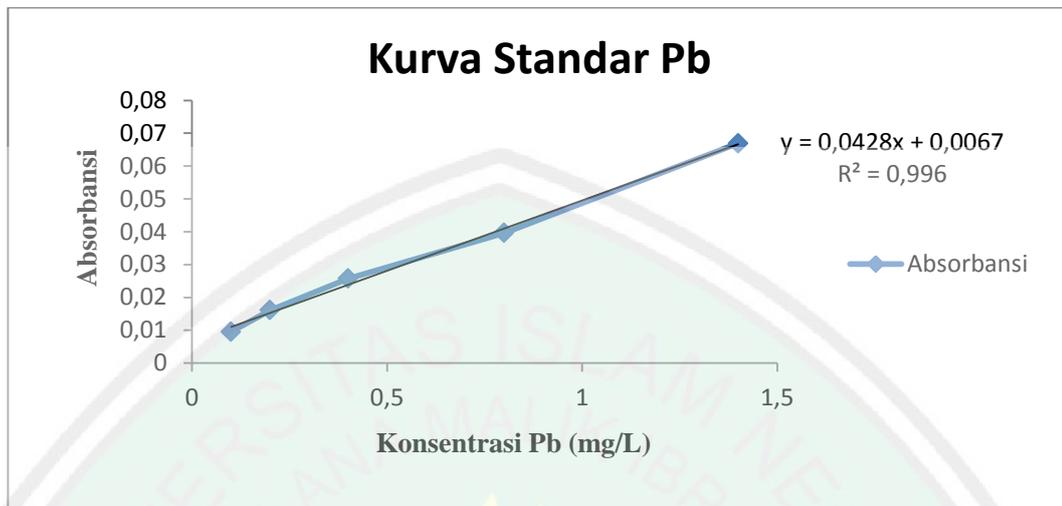
### 3. Pembuatan HNO<sub>3</sub> 0,5 M

$$\begin{aligned}
 M &= \frac{\% \times 10 \times \rho}{Mr} \\
 M &= \frac{65 \times 10 \times 1,4 \text{ g/L}}{63 \text{ g/mol}} \\
 &= 14,4 \text{ M}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\
 14,4 \text{ M} \times V_1 &= 0,5 \text{ M} \times 500 \text{ mL} \\
 V_1 &= \frac{0,5 \text{ M} \times 500 \text{ mL}}{14,4 \text{ M}} \\
 V_1 &= 17,36 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

Jadi, larutan HNO<sub>3</sub> 0,5 M dibuat dengan memipet 17,36 mL HNO<sub>3</sub> p.a 65% kedalam labu ukur 500 mL yang telah berisi aquabidest sekitar 50 mL, kemudian diencerkan dengan aquabidest sampai tanda batas.

#### 4. Hasil Uji Linearitas dan Sensitivitas



- Linieritas ditunjukkan dengan nilai  $R^2 = 0,996$
- Sensitivitas ditunjukkan dengan nilai slope (kemiringan) = 0,0067

#### 5. Perhitungan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Sampel Hasil Preparasi

##### a. Kadar Yang Terbaca Instrumen

Metode	Zat Pengoksidasi				
	HNO <sub>3</sub>	HNO <sub>3</sub> + HClO <sub>4</sub> (2:1)	HNO <sub>3</sub> + HClO <sub>4</sub> (3:1)	HNO <sub>3</sub> + HClO <sub>4</sub> (4:1)	HNO <sub>3</sub> + HClO <sub>4</sub> (5:1)
Destruksi Basah Terbuka	0,258 mg/kg	0,494 mg/kg	0,469 mg/kg	0,347 mg/kg	0,316 mg/kg
	0,302 mg/kg	0,408 mg/kg	0,393 mg/kg	0,290 mg/kg	0,310 mg/kg
	0,322 mg/kg	0,418 mg/kg	0,379 mg/kg	0,311 mg/kg	0,332 mg/kg
Destruksi Basah Tertutup	0,248 mg/kg	0,302 mg/kg	0,276 mg/kg	0,273 mg/kg	0,263 mg/kg
	0,245 mg/kg	0,331 mg/kg	0,281 mg/kg	0,275 mg/kg	0,251 mg/kg
	0,255 mg/kg	0,371 mg/kg	0,289 mg/kg	0,261 mg/kg	0,255 mg/kg

##### b. Kadar Sebenarnya

Metode	Zat Pengoksidasi
--------	------------------

	HNO <sub>3</sub>	HNO <sub>3</sub> + HClO <sub>4</sub> (2:1)	HNO <sub>3</sub> + HClO <sub>4</sub> (3:1)	HNO <sub>3</sub> + HClO <sub>4</sub> (4:1)	HNO <sub>3</sub> + HClO <sub>4</sub> (5:1)
Destruksi Basah Terbuka	10,32 mg/kg	19,76 mg/kg	18,76 mg/kg	13,88 mg/kg	12,64 mg/kg
	12,08 mg/kg	16,32 mg/kg	15,72 mg/kg	13,6 mg/kg	12,4 mg/kg
	12,88 mg/kg	16,72 mg/kg	15,16 mg/kg	12,44 mg/kg	11,28 mg/kg
Destruksi Basah Tertutup	24,8 mg/kg	30,2 mg/kg	27,6 mg/kg	27,3 mg/kg	26,3 mg/kg
	24,5 mg/kg	33,1 mg/kg	28,1 mg/kg	27,5 mg/kg	25,1 mg/kg
	25,5 mg/kg	37,1 mg/kg	28,9 mg/kg	26,1 mg/kg	25,5 mg/kg

#### a. Destruksi Basah Terbuka

Konsentrasi sebenarnya = (Konsentrasi hasil pembacaan x Fp) / Berat sampel

- Pelarut HNO<sub>3</sub>

$$A1 = \frac{\left(0,258 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 20 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 10,32 \text{ mg/kg}$$

$$A2 = \frac{\left(0,302 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 20 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 12,08 \text{ mg/kg}$$

$$A3 = \frac{\left(0,322 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 20 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 12,88 \text{ mg/kg}$$

- Pelarut HNO<sub>3</sub> : HClO<sub>4</sub>

Konsentrasi sebenarnya = (Konsentrasi hasil pembacaan x Fp) / Berat sampel

- Perbandingan (2:1)

$$B1 = \frac{\left(0,494 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 20 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 19,76 \text{ mg/kg}$$

$$B2 = \frac{\left(0,408 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 20 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 16,32 \text{ mg/kg}$$

$$B3 = \frac{\left(0,418 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 20 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 16,72 \text{ mg/kg}$$

➤ Perbandingan (3:1)

$$C1 = \frac{\left(0,469 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 20 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 18,76 \text{ mg/kg}$$

$$C2 = \frac{\left(0,393 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 20 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 15,72 \text{ mg/kg}$$

$$C3 = \frac{\left(0,379 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 20 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 15,16 \text{ mg/kg}$$

➤ Perbandingan (4:1)

$$D1 = \frac{\left(0,347 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 20 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 13,88 \text{ mg/kg}$$

$$D2 = \frac{\left(0,290 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 20 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 13,6 \text{ mg/kg}$$

$$D3 = \frac{\left(0,311 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 20 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 12,44 \text{ mg/kg}$$

➤ Perbandingan (5:1)

$$E1 = \frac{\left(0,316 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 20 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 12,64 \text{ mg/kg}$$

$$E2 = \frac{\left(0,310 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 20 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 12,4 \text{ mg/kg}$$

$$E3 = \frac{\left(0,332 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 20 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 11,28 \text{ mg/kg}$$

#### b. Destruksi Basah Tertutup

Konsentrasi sebenarnya = (Konsentrasi hasil pembacaan x Fp) / Berat sampel

- Pelarut HNO<sub>3</sub>

$$A1 = \frac{\left(0,248 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 50 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 24,8 \text{ mg/kg}$$

$$A2 = \frac{\left(0,245 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 50 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 24,5 \text{ mg/kg}$$

$$A3 = \frac{\left(0,255 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 50 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 25,5 \text{ mg/kg}$$

- Pelarut  $\text{HNO}_3$  :  $\text{HClO}_4$

Konsentrasi sebenarnya = (Konsentrasi hasil pembacaan x Fp) / Berat sampel

- Perbandingan (2:1)

$$B1 = \frac{\left(0,302 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 50 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 30,2 \text{ mg/kg}$$

$$B2 = \frac{\left(0,331 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 50 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 33,1 \text{ mg/kg}$$

$$B3 = \frac{\left(0,371 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 50 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 37,1 \text{ mg/kg}$$

- Perbandingan (3:1)

$$C1 = \frac{\left(0,276 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 50 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 27,6 \text{ mg/kg}$$

$$C2 = \frac{\left(0,281 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 50 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 28,1 \text{ mg/kg}$$

$$C3 = \frac{\left(0,289 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 50 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 28,9 \text{ mg/kg}$$

➤ Perbandingan (4:1)

$$D1 = \frac{\left(0,273 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 50 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 27,3 \text{ mg/kg}$$

$$D2 = \frac{\left(0,275 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 50 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 27,5 \text{ mg/kg}$$

$$D3 = \frac{\left(0,261 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 50 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 26,1 \text{ mg/kg}$$

➤ Perbandingan (5:1)

$$E1 = \frac{\left(0,263 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 50 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 26,3 \text{ mg/kg}$$

$$E2 = \frac{\left(0,251 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 50 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 25,1 \text{ mg/kg}$$

$$E3 = \frac{\left(0,255 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 50 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 25,5 \text{ mg/kg}$$

## 6. Perhitungan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Masing-Masing Merk

### a. Kadar Yang Terbaca Instrumen

Sampel Bedak Tabur	Analisis Kadar Logam Timbal (Pb)		
Terdaftar BPOM Merk A	0,191 mg/kg	0,191 mg/kg	0,185 mg/kg
Terdaftar BPOM Merk B	0,192 mg/kg	0,195 mg/kg	0,186 mg/kg
Tidak Terdaftar BPOM Merk C	0,228 mg/kg	0,235 mg/kg	0,241 mg/kg
Tidak Terdaftar BPOM Merk D	0,287 mg/kg	0,287 mg/kg	0,293 mg/kg

### b. Kadar Sebenarnya

Sampel Bedak Tabur	Analisis Kadar Logam Timbal (Pb)		
Terdaftar BPOM Merk A	19,1 mg/kg	19,1 mg/kg	18,5 mg/kg
Terdaftar BPOM Merk B	19,2 mg/kg	19,5 mg/kg	18,6 mg/kg
Tidak Terdaftar BPOM Merk C	22,8 mg/kg	23,5 mg/kg	24,1 mg/kg
Tidak Terdaftar BPOM Merk D	28,7 mg/kg	28,7 mg/kg	29,3 mg/kg

#### a. Bedak Tabur Merk A

$$A1 = \frac{\left(0,191 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 50 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 19,1 \text{ mg/kg}$$

$$A2 = \frac{\left(0,191 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 50 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 19,1 \text{ mg/kg}$$

$$A3 = \frac{\left(0,185 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 50 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 18,5 \text{ mg/kg}$$

#### b. Bedak Tabur Merk B

$$B1 = \frac{\left(0,192 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 50 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 19,2 \text{ mg/kg}$$

$$B2 = \frac{\left(0,195 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 50 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 19,5 \text{ mg/kg}$$

$$B3 = \frac{\left(0,186 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 50 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 18,6 \text{ mg/kg}$$

**c. Bedak Tabur Merk C**

$$C1 = \frac{\left(0,228 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 50 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 22,8 \text{ mg/kg}$$

$$C2 = \frac{\left(0,235 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 50 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 23,5 \text{ mg/kg}$$

$$C3 = \frac{\left(0,241 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 50 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 24,1 \text{ mg/kg}$$

**d. Bedak Tabur Merk D**

$$D1 = \frac{\left(0,287 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 50 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 28,7 \text{ mg/kg}$$

$$D2 = \frac{\left(0,287 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 50 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 28,7 \text{ mg/kg}$$

$$D3 = \frac{\left(0,293 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right) \times 50 \text{ mL}}{(0,5 \text{ gr})}$$

$$= 29,3 \text{ mg/kg}$$



## LAMPIRAN

### Lampiran 4. Dokumentasi

#### 1. Sampel bedak tabur terdaftar BPOM



Gambar 1. Merk A



Gambar 2. Merk B

#### 2. Sampel bedak tabur tidak terdaftar BPOM



Gambar 3. Merk C



Gambar 4. Merk D

#### 3. Preparasi sampel



Gambar 5. Sampel yang telah dihomogenkan

#### 4. Destruksi



Gambar 6. Destruksi Basah Terbuka



Gambar 7. Destruksi Basah Tertutup

### 5. Penyaringan



Gambar 7. Penyaringan menggunakan kertas saring Whatman 42

### 6. Larutan hasil destruksi



Gambar 8. Larutan setelah disaring dan diencerkan.

## Lampiran 5. Hasil Kadar dari SSA

**Destruksi Basah Terbuka (*Hotplate*)**

Variasi	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III
2 : 1	0,494 mg/l	0,408 mg/l	0,418 mg/l
3 : 1	0,469 mg/l	0,393 mg/l	0,379 mg/l
4 : 1	0,347 mg/l	0,290 mg/l	0,311 mg/l
5 : 1	0,316 mg/l	0,310 mg/l	0,332 mg/l
HNO <sub>3</sub>	0,258 mg/l	0,302 mg/l	0,322 mg/l

**Destruksi Basah Tertutup (*Refluks*)**

Variasi	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III
2 : 1	0,302 mg/kg	0,331 mg/kg	0,371 mg/kg
3 : 1	0,276 mg/kg	0,281 mg/kg	0,287 mg/kg
4 : 1	0,273 mg/kg	0,275 mg/kg	0,251 mg/kg
5 : 1	0,263 mg/kg	0,251 mg/kg	0,255 mg/kg
HNO <sub>3</sub>	0,248 mg/kg	0,245 mg/kg	0,255 mg/kg

**Hasil Masing- Masing Sampel**

Jenis	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III
Bedak Tabur Merk A	0,191 mg/kg	0,191 mg/kg	0,185 mg/kg
Bedak Tabur Merk B	0,192 mg/kg	0,195 mg/kg	0,186 mg/kg
Bedak Tabur Merk C	0,228 mg/kg	0,235 mg/kg	0,241 mg/kg
Bedak Tabur Merk D	0,287 mg/kg	0,287 mg/kg	0,293 mg/kg

**Lampiran 6. Hasil Statistik *Two Way ANNOVA*****Levene's Test of Equality of Error Variances(a)**

Dependent Variable: nilai

F	df1	df2	Sig.
2,808	9	20	,026

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

a Design: Intercept+metode+variasi+metode \* variasi

**Tests of Between-Subjects Effects**

Dependent Variable: nilai

Source	Type III Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Corrected Model	1619,517(a)	9	179,946	77,975	,000
Intercept	13261,939	1	13261,939	5746,705	,000
metode *	13,436	4	3,359	2,808	,253
Error	46,155	20	2,308		
Total	14927,611	30			
Corrected Total	1665,672	29			

a R Squared = ,972 (Adjusted R Squared = ,960)