

## **BAB 3**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Rancangan Penelitian**

Jenis penelitian ini adalah deskriptif yang bertujuan untuk mengetahui fakta dengan interpretasi yang tepat tentang kandungan kadar logam berat jenis timbal (Pb) yang ada pada sediaan cat rambut.

#### **3.2 Populasi dan Sampel Penelitian**

##### **3.2.1 Populasi Penelitian**

Populasi dalam penelitian ini adalah cat rambut yang dijual di daerah Pengampon Surabaya yang berjumlah 20 merk. Data ini diperoleh berdasarkan observasi langsung.

##### **3.2.2 Sampel Penelitian**

Sampel penelitian ini adalah total dari populasi sediaan cat rambut yang dijual di daerah pengampon surabaya sejumlah 20 sampel.

#### **3.3 Variabel Penelitian**

Variabel dalam penelitian ini adalah kandungan logam berat jenis Timbal (Pb) yang terdapat dalam berbagai macam merk cat rambut.

#### **3.4 Variabel Penelitian dan Devinisi Operasional Variabel**

Kandungan Logam berat dalam penelitian ini adalah kandungan logam berat jenis Timbal (Pb) yang terdapat dalam berbagai macam merk cat rambut memenuhi syarat jika kurang dari 2,0 mg/kg (ppm) dan tidak memenuhi syarat jika lebih besar dari 2,0 mg/kg (ppm) sesuai dengan Peraturan perundang-undangan bidang kosmetik hal. 22, BPOM RI 2004.

### **3.5 Pengumpulan Dan Pengolahan Data**

#### **3.5.1 Instrumen Penelitian**

Instrumen penelitian menggunakan alat *Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)* merek ZEEnit 700.

#### **3.5.2 Lokasi Dan Waktu Penelitian**

##### **3.5.2.1 Lokasi Penelitian**

Pengambilan sampel dilakukan di daerah Pengampon Surabaya sedangkan pemeriksaan dilakukan di Balai Besar Laboratorium Kesehatan yang terletak di Jalan Karang menjangan no 18 Kelurahan Airlangga Kecamatan Gubeng Kota Surabaya Jawa Timur.

##### **3.5.2.2 Waktu Penelitian**

Waktu penelitian dilakukan pada bulan Desember 2015 sampai bulan Juni 2016, sedangkan pemeriksaan dilaksanakan pada bulan Mei 2016.

#### **3.5.3 Prosedur Pemeriksaan**

##### **1. Prinsip Pemeriksaan**

Setelah melalui tahapan penghalusan dan penimbangan, sampel diasamkan kemudian di *dekstruksi* dalam *oil bath* hingga terjadi pemecahan sampel, logam Pb akan lepas dari sampel dan diikat oleh asam menjadi senyawa Pb. Selanjutnya senyawa dikisatkan atau diuapkan sehingga Pb ion yang terkandung didalamnya diubah menjadi atom bebas. Atom Pb akan mengabsorpsi radiasi cahaya yang dipancarkan dari lampu katoda atau *hallow cathode lamp* yang mengandung unsur yang ditentukan. Banyaknya serapan radiasi kemudian diukur pada  $\lambda 217,0$  nm.

## 2. Alat, Bahan Dan Reagen Pemeriksaan

A. Alat yang digunakan dalam pemeriksaan ini adalah :

- 1) Botol semprot
- 2) Corong
- 3) Beaker glass
- 4) Labu ukur
- 5) Pipet ukur
- 6) Pipet volumetri
- 7) Pipet pasteur
- 8) Spektrofotometri Serapan Atom
- 9) Timbangan analitik
- 10) *Oil bath*
- 11) Pengaduk
- 12) Push ball
- 13) Rak tabung *Neissler*
- 14) Tabung *Neissler*
- 15) Cawan petri

B. Bahan pemeriksaan yang dilakukan :

Bahan yang digunakan adalah berbagai macam merek cat rambut yang ada di daerah Pengampon Surabaya.

C. Reagen Pemeriksaan:

- 1) Larutan stock standart timbal (Pb) 1000 ppm
- 2) Larutan bebas timbal (Pb)/ Aquademinerasi
- 3) Larutan standart timbal (Pb) 100 ppm

- a) Disiapkan labu ukur 100 ml bersih dan kering
  - b) Dipipet 10 ml larutan stock standart timbal (Pb) 1000 ppm
  - c) Dimasukan kedalam labu ukur
  - d) Ditambahkan aquades sampai 100 ml
  - e) Dicampur sampai merata
  - f) Larutan standart timbal (Pb) 100 ppm siap digunakan
- 4) Larutan  $HNO^3$  Pekat
  - 5) Larutan  $H_2SO_4$  Pekat
  - 6) Larutan standart kurva kalibrasi timbal (Pb). (1.000 ppm, 2.000 ppm, 4.000 ppm)
    - a) Disiapkan 4 labu ukur 50 ml bersih dan kering
    - b) Dipipet :  
2,5 ml lar. Standart spike + aquades ad 50 ml (2.000 ppm).  
5 ml lar. Standart spike + aquades ad 50 ml (2.000 ppm).  
10 ml lar. Standart spike + aquades ad 50 ml (4.000 ppm).
    - c) Dimasukan kedalam labu ukur yang telah diberi label
    - d) Dicampurkan sampai merata
    - e) Larutan standart kurva kalibrasi timbal (Pb) siap digunakan.
  - 7) Larutan perklorat pekat
  - 8) Larutan reagen campur  $NHO_3$  dan perklorat 5 : 3
    - a) Disiapkan wadah gelas bersih dan kering
    - b) Dipipet 50 ml larutan  $HNO_3$  pekat
    - c) Dipipet 20 ml larutan perklorat pekat
    - d) Dicampur merata secara perlahan

- e) Disimpan dalam botol coklat
  - f) Larutan reagen siap campur siap digunakan
- 9) Larutan standart spike / campuran timbal (Pb) 20 ppm
- a) Disiapkan labu ukur 100 ml bersih dan kering
  - b) Dipipet 20 ml larutan standart timbal (Pb) 100 ppm
  - c) Dimasukan kedalam labu ukur
  - d) Ditambahkan aquades sampai 100 ml
  - e) Dicampur sampai merata
  - f) Larutan standart spike timbal (Pb) 20 ppm siap digunakan.

### **3. Prosedur Kerja**

#### **A. Persiapan Pendahuluan**

Membuat larutan standart Pb yang akan dianalisis dengan konsentrasi tertentu sesuai pada daerah range liniernya, dan menyiapkan larutan sampel cat rambut.

#### **B. Menyiapkan Alat Spektrofotometer Sebagai Berikut:**

- 1) Dibuka program SAA (Spectrum Analyse Specialist), kemudian muncul perintah "apakah ingin mengganti lampu katoda, jika ingin mengganti klik Yes dan jika tidak No.
- 2) Dipilih yes untuk masuk ke menu individual command, dimasukkan nomor lampu katoda Pb yang dipasang ke dalam kotak dialog, kemudian diklik setup, kemudian soket lampu katoda akan berputar menuju posisi paling atas.

- 3) Pada program SAS 3.0, dipilih menu select element and working mode. Dipilih unsur Pb yang akan dianalisis dengan mengklik langsung pada symbol unsur yang diinginkan.
- 4) Jika telah selesai klik ok, kemudian muncul tampilan condition settings. Diatur parameter yang dianalisis dengan mensetting fuel flow :1,2 ; measurement; concentration ; number of sample: 2 ; unit concentration : ppm ; number of standard : 3 ; standard list : 1 ppm, 3 ppm, 9 ppm.
- 5) Diklik ok and setup, ditunggu hingga selesai warming up.
- 6) Diklik icon bergambar burner/ pembakar, setelah pembakar dan lampu menyala alat siap digunakan untuk mengukur logam Pb.
- 7) Pada menu measurements pilih measure sample.
- 8) Dimasukkan blanko, didiamkan hingga garis lurus terbentuk, kemudian dipindahkan ke standar 1 ppm hingga data keluar.
- 9) Dimasukkan blanko untuk meluruskan kurva, diukur dengan tahapan yang sama untuk standar 3 ppm dan 9 ppm.
- 10) Dimasukkan ke sampel 1 hingga kurva naik dan belok baru dilakukan pengukuran.
- 11) Dimasukkan blanko kembali dan dilakukan pengukuran sampel ke 2.
- 12) Setelah pengukuran selesai, data dapat diperoleh dengan mengklik icon print atau pada baris menu dengan mengklik file lalu print.
- 13) pengukuran telah selesai, aspirasikan air deionisasi untuk membilas burner selama 10 menit, api dan lampu burner dimatikan, program pada komputer dimatikan, lalu main unit AAS, kemudian kompresor, setelah itu ducting dan terakhir gas (BBLK, 2016).

C. Proses penimbangan sampel

- 1) Disiapkan 10 tabung Neissler bersih dan kering
- 2) Diletakan tabung Neissler di atas timbangan dan nol kan
- 3) Dimasukan sampel  $\pm$  4-6 gr kedalam tabung Neissler kemudian ditimbang
- 4) Catat hasil penimbangan

D. Proses destruksi sampel

- 1) Ditambahkan larutan 2m H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat kedalam masing-masing tabung Neissler yang berisi sampel
- 2) Ditambahkan 5 ml reagen campuran 5 : 2 (HNO<sub>3</sub> pekat 5 ml + 2 ml peklorat pekat) kedalam masing-masing tabung
- 3) Diampur dengan cara mengkocok tabung secara perlahan sehingga sampel terendam
- 4) Kemudian diinkubasi sampel pada suhu kamar selama 24 jam
- 5) Setelah itu disiapkan oil bath sehingga mencapai temperatur 200-400 °C
- 6) Dibiarkan hingga larutan sampel menjadi jernih (dekstruksi sempurna). Selama dekstruksi berlangsung, diawasi larutan jangan sampai mengering. Jika selama dekstruksi larutan masih keruh maka kedalam larutan tersebut ditambahkan 2 ml reagen spike kemudian di dekstruksi kembali sampai larutan jernih.
- 7) Setelah dekstruksi sempurna, sampel dikeluarkan dari oil bath
- 8) Didiamkan pada temperatur kamar hingga dingin

- E. Proses persiapan sampel
- 1) Tambahkan 5 ml larutan standart spike 20 ppm kedalam masing-masing tabung yang berisi larutan sampel telah jernih dan dingin
  - 2) Kemudian tambahkan aquadest sampai 50 ml (tanda batas)
  - 3) Campur hingga homogen dengan menggunakan vortex
  - 4) Diamkan pada temperatur kamar sampai larutan kembali jernih
  - 5) Larutan sampel siap dianalisa menggunakan AAS ZEE nit 700 dengan panjang gelombang 283,3 nm (BBLK, 2016).

### **3.6 Metode Analisa Data**

Data yang diperoleh dalam penelitian ini ditabulasikan pada tabel sebagai berikut sesuai dengan kadar normal kandungan Timbal (Pb) pada sediaan kosmetika adalah 2,0 mg/kg (ppm) ( Peraturan perundang-undangan bidang kosmetik hal. 22, BPOM RI2004) sebagai berikut :

**Tabel 3.1 Contoh Tabel Hasil Penelitian**

No.	Kode Sampel	Kadar Pb mg/kg (ppm)	Keterangan
1	A		
2	B		
3	C		
4	D		
5	E		
6	F		
7	G		
8	H		
9	I		
10	J		
11	K		
12	L		
13	M		
14	N		
15	O		
16	P		
17	Q		
18	R		
19	S		
20	T		
$\Sigma$			MS = < 0,2 mg/kg (ppm)
$\bar{x}$			TMS = > 0,2 mg/kg (ppm)

Keterangan :

MS = Memenuhi Syarat.

TMS = Tidak Memenuhi Syarat.