

## **BAB III METODE PENELITIAN**

### **A. Rancangan Penelitian**

Jenis penelitian ini bersifat eksperimen yaitu dengan melakukan analisis cemaran timbal pada lipstik dengan metode destruksi basah dan menggunakan spektrofotometri serapan atom untuk menentukan kadar logam timbal pada lipstik.

### **B. Populasi dan sampel**

#### **1. Populasi**

Populasi merupakan semua obyek dari sasaran penelitian yang digunakan adalah sediaan lipstik yang dijual di toko Mojosoongo.

#### **2. Sampel**

Sampel yang digunakan yaitu satu sampel lipstik matte sebagai sampel A, satu sampel lipstik lip balm sebagai sampel B, satu sampel lipstik lip balm sebagai sampel C, satu sampel lipstik crayon sebagai sampel D yang dijual di toko daerah Mojosoongo.

### **C. Waktu dan Tempat**

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Terpadu di Universitas Sebelas Maret pada bulan Januari - Juni Tahun 2024.

### **D. Variabel Penelitian**

#### **1. Identifikasi variabel utama**

Variabel utama dalam penelitian ini adalah lipstik yang mengandung logam berat timbal.

Variabel utama kedua dalam penelitian ini meliputi uji kadar timbal pada sampel lipstik menggunakan spektrofotometri serapan atom.

#### **2. Klasifikasi variabel utama**

Klasifikasi diperlukan untuk menentukan alat pengambilan data dan metode analisis data yang sesuai berdasarkan pada hubungan sebab akibat menjadi variabel tergantung disatu pihak dan variabel bebas.

Variabel bebas adalah variabel yang sengaja diubah untuk dipelajari pengaruhnya terhadap variabel tergantung, dimana variabel bebas dalam penelitian ini adalah berbagai jenis lipstik diantaranya sampel yang satu sampel lipstik matte sebagai sampel A, satu sampel

lipstik matte sebagai sampel B, satu sampel lip balm lipstik sebagai sampel C, satu sampel lipstik crayon sebagai sampel D yang dijual di toko daerah Mojosoongo.

Variabel kendali merupakan variabel yang mempengaruhi variabel tergantung sehingga perlu dinetralisir atau ditetapkan kualifikasinya agar hasil yang didapatkan tidak tersebar dan dapat diulangi oleh penelitian lain secara tepat yang digunakan. Variabel kendali dalam penelitian ini adalah berat penimbangan sampel, preparasi sampel, dekstruksi, timbal (Pb), dan spektrofotometri serapan atom.

Variabel tergantung pada penelitian ini adalah kadar logam berat timbal (Pb) pada sampel lipstik yang dijual di toko daerah Mojosoongo.

### **3. Definisi operasional variabel utama**

Pertama, lipstik adalah sediaan kosmetik yang digunakan untuk mewarnai bibir sehingga dapat meningkatkan estetika dalam tata rias wajah dan memberikan ekspresi wajah yang menarik.

Kedua, timbal adalah logam berat yang biasa terkandung dalam sediaan kosmetik salah satunya dalam lipstik karena pencemaran pada saat proses pembuatan lipstik.

Ketiga, spektrofotometri serapan atom adalah metode yang dilakukan untuk menetapkan kadar cemaran timbal dalam sediaan lipstik secara kuantitatif.

## **E. Alat dan Bahan**

### **1. Alat**

Alat yang dibutuhkan adalah SSA (Spektrofotometri Serapan Atom), batang pengaduk, timbangan analitik, pipet volume, botol pencuci, lemari asam, labu ukur 250 mL, labu ukur 100 mL, labu ukur 50 mL, pipet tetes, beaker glass, vial, corong, cawan, hotplate, gelas ukur, erlenmeyer, tabung reaksi, tisu mikropipet, kertas saring Whatman No. 42.

### **2. Bahan**

Bahan yang digunakan yaitu serbuk  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ ,  $\text{HNO}_3$  65%,  $\text{H}_2\text{O}_2$ , aquadest dan sampel lipstik.

## F. Jalannya Penelitian

### 1. Pengambilan Sampel

Pengambilan sampel lipstik dilakukan berdasarkan teknik *random sampling*. Pengambilan secara teknik inilah mendapatkan sebanyak 4 sampel lipstik yang diberi kode sampel A, B, C, dan D dengan replikasi 3x masing-masing sampel.

### 2. Preparasi Sampel

Proses pengujian sampel diawali dengan proses preparasi sampel, dimana sampel lipstik terlebih dahulu didestruksi. Metode destruksi yang digunakan dalam preparasi sampel yaitu metode destruksi basah. Tahap awal dimulai dengan menimbang sampel lipstik sebanyak  $\pm 1$  gram, ditambahkan larutan  $\text{HNO}_3$  65% 15 mL ke dalam beaker glass dipanaskan dengan *hotplate* sampai mendidih (proses ini dilakukan sampai hilangnya asap berwarna coklat. Setelah itu larutan  $\text{H}_2\text{O}_2$  30% ditambahkan sebanyak 5 mL sedikit demi sedikit sambil dilakukan pemanasan suhu  $\pm 100^\circ\text{C}$ , destruksi dihentikan jika larutan sudah berwarna jernih, larutan didiamkan sampai dingin, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 5 mL ditambahkan aquabidest sampai tanda batas, kemudian larutan dihomogenkan, lalu disaring dengan menggunakan kertas saring whattman no. 42 dan dimasukkan ke dalam vial.

### 3. Pembuatan Larutan Stok Baku Timbal (Pb).

Sebanyak 1 mL larutan standar  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  1000,0 ppm dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, dilarutkan dengan aquabidest hingga batas labu ukur, sehingga didapatkan larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  100,0 ppm.

### 4. Pembuatan Kurva Baku Timbal (Pb)

Larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  100 ppm dibuat larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  sebanyak 10 seri konsentrasi. Larutan standar dengan berbagai konsentrasi tersebut kemudian diukur serapannya dengan spektrofotometri serapan atom pada panjang gelombang 217 nm, lalu hasilnya diplot menjadi kurva kalibrasi.

### 5. Penentuan Kadar Timbal Pada Sampel

Penentuan kandungan timbal dilakukan dengan pengukuran serapan sampel yang telah dipreparasi dengan spektrofotometri serapan atom pada panjang gelombang 217 nm. Nilai absorbansi yang didapatkan disubstitusikan ke dalam persamaan  $y = a+bx$ , dimana  $y$  adalah nilai absorbansi,  $a$  adalah nilai slope,  $b$  adalah nilai intersep, dan

x adalah konsentrasi, sehingga diperoleh nilai konsentrasi timbal pada masing-masing sampel. Kadar timbal (Pb) dihitung dengan hasil konsentrasi pada persamaan  $y=a+bx$  dibagi berat sampel dikali faktor pengenceran.

## **G. Analisis Hasil**

### **1. Preparasi Sampel**

Dari preparasi sampel yang dilakukan sampel didestruksi dan menghasilkan larutan jernih.

### **2. Pembuatan Kurva Baku Timbal (Pb)**

Nilai kurva baku didapat dengan membuat persamaan regresi linear antara nilai absorbansi yang didapat dari tiap seri konsentrasi yang dibuat dengan konsentrasi baku, sehingga didapat persamaan  $y = a+bx$ .

### **3. Penentuan Kadar Sampel**

Perhitungan logam timbal (Pb) yang diperoleh dari instrument Spektrofotometri Serapan Atom dihitung kadarnya menggunakan rumus (BPOM RI, 2011) sebagai berikut:

$$\text{Kadar Timbal (mg/kg)} = \frac{C \text{ (mg/L)}}{B \text{ (kg)}} \times V \text{ (L)}$$

Keterangan:

C = Konsentrasi timbal dalam sampel (mg/L)

B = Berat sampel yang ditimbang (kg)

V = Volume sampel (L)