

**PENENTUAN KANDUNGAN SENG DALAM KOSMETIK
DENGAN SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM**

SKRIPSI

**Diajukan guna memenuhi persyaratan untuk
memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si) pada Program Studi Kimia
pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**

Universitas Islam Indonesia

Jogjakarta



Disusun Oleh :

ELLEN

NO. MHS : 99 612 020

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
JOGJAKARTA**

2003

**PENENTUAN KANDUNGAN SENG DALAM KOSMETIK
DENGAN SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM**

oleh :

**ELLEN
No. Mhs : 99 612 020**

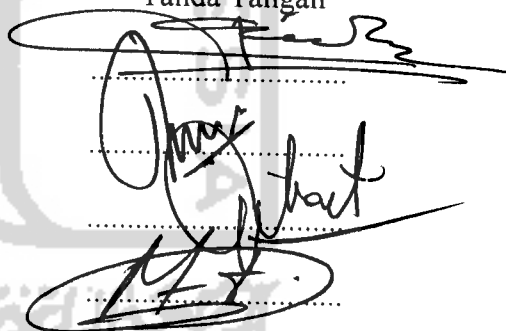
Telah dipertahankan dihadapan Panitia Penguji Skripsi
Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia

Tanggal : 22 Februari 2003

Dewan Penguji

1. Drs. Allwar, M.Sc
2. Rudy Syahputra, M.Si
3. DR. Eko Sugiharto, D.E.A
4. Riyanto, M.Si

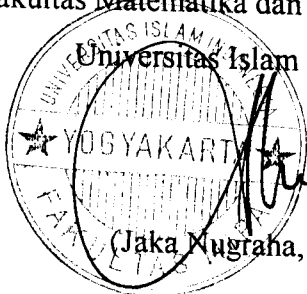
Tanda Tangan



Mengetahui

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Islam Indonesia



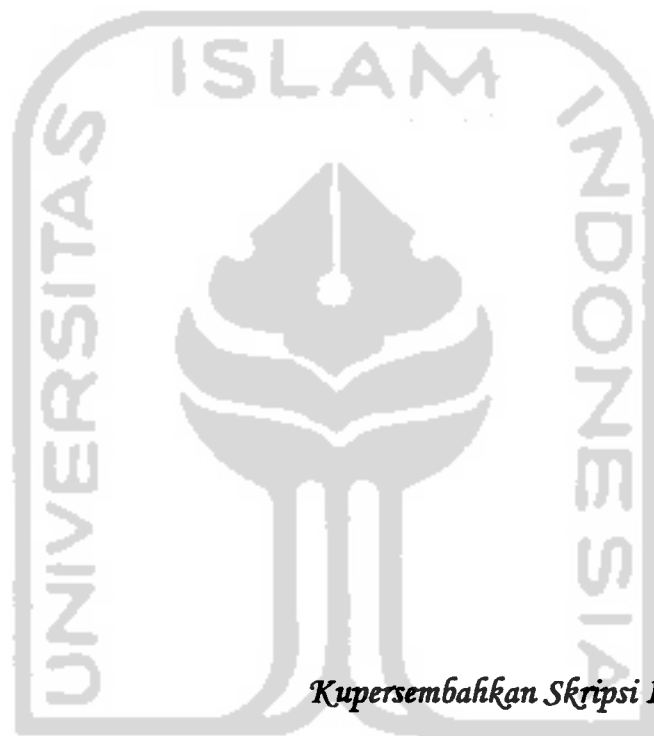
(Jaka Nugraha, M.Si)

MOTTO

*“ Dan Bersama Kesukaran Pasti Ada Kemudahan, Karena itu Bila Telah
Selesai Suatu Pekerjaan, Mulailah Dengan Yang Lain dan
Bersungguh-sungguhlah. Hanya Kepada Tuhanmu
Hendaklah Engkau Berharap “
(Al Quran. Asy Syarh 6-8)*

*Tuntutlah Ilmu Sampai Kenegeri Cina!
Belajarlal !
(Rasululloh SAW)*

PERSEMBAHAN



Kupersembahkan Skripsi Ini Kepada :

*MAMA dan PAPAKU,
Terima Kasih Atas Segala Dorongan Dan Doanya
Kakakku Elce, Adikku Lisa dan Gunawan,, serta semua keluargaku
dan teman-teman KKN Unit 17,
Terima Kasih Atas Doa dan Cinta Kalian*

KATA PENGANTAR



Assalamu'alaikum Wr. Wb.

Dengan Nama Allah Yang Maha Pengasih dan Maha Peyayang, Pemilik semua ilmu di alam semesta dan Sholawat yang kita persembahkan kepada Nabi Muhammad SAW, akhirnya penulis berhasil menyelesaikan skripsi ini sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana di Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia, Jogjakarta.

Merupakan suatu kehormatan dan kebahagiaan bagi penulis atas semua kemudahan dan bantuan dari semua pihak selama pembuatan skripsi ini. Dalam penulisan skripsi ini penulis banyak mendapatkan dorongan semangat dan bantuan dari berbagai pihak, untuk itu penulis pada kesempatan ini ingin menyampaikan rasa terimakasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Jaka Nugraha, M.Si., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
2. Riyanto, M.Si., selaku Ketua Jurusan Kimia
3. DR. Eko Sugiharto, D.E.A, selaku Dosen Pembimbing I atas bimbingan, saran, kritik dan nasehatnya
4. Riyanto, M.Si., selaku Dosen Pembimbing II atas bimbingan, saran, kritik, dan nasehatnya
5. Mama dan Papaku yang terus mendoakan dan memberiku semangat untuk menyelesaikan skripsi dan Kuliahku, yang selalu mendoakan aku, dan selalu memberikan dorongan untuk menyelesaikan skripsi ini.

Akhir kata, penulis menyadari bahwa dalam skripsi ini masih terdapat banyak kekurangan yang mungkin dapat disempurnakan oleh penulis lainnya, tetapi dibalik segala kekurangan yang ada dalam skripsi ini. Semoga dapat bermanfaat bagi semua pihak yang membutuhkannya. Terima Kasih.

Wassalamu'alaikum Wr. Wb.

Jogjakarta, Februari 2003

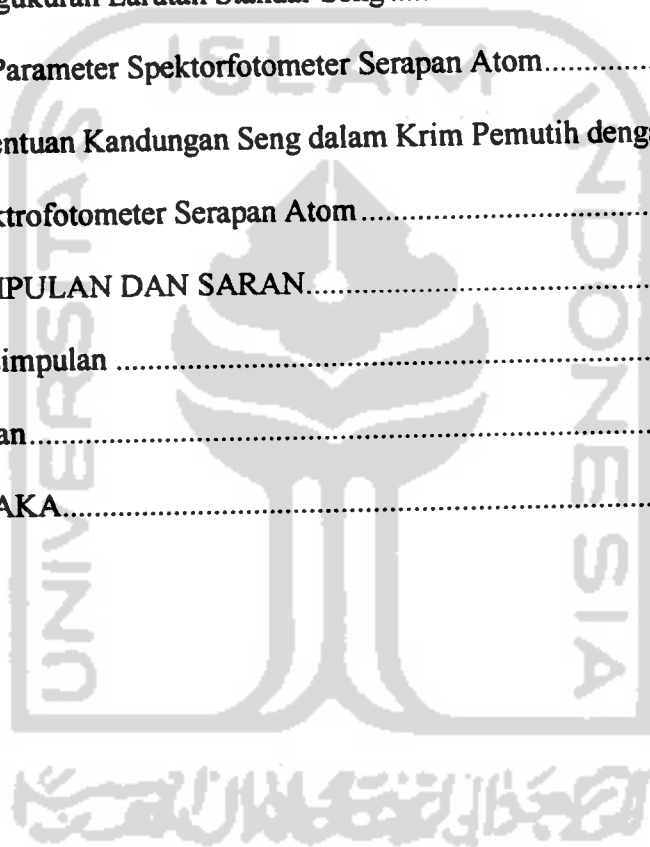


DAFTAR ISI

	<i>Halaman</i>
HALAMAN JUDUL.....	i
LEMBAR PENGESAHAN DOSEN PENGUJI	ii
HALAMAN MOTTO	iii
HALAMAN PERSEMBAHAN	iv
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR.....	x
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN.....	xii
INTISARI.....	xiii
ABSTRAK	xiv
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Manfaat Penelitian.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	4
BAB III LANDASAN TEORI.....	7
3.1 Kosmetik	7
3.1.1 Krim Pemutih	7

3.2 Logam Seng.....	9
3.3 Preparasi Sampel	10
3.4 Spektrofotometer Serapan Atom	10
3.4.1 Prinsip Serapan Atom.....	10
3.5 Instrumentasi	11
3.5.1 Sumber Cahaya.....	12
3.5.2 Peralatan Pengatom	15
3.5.3 Monokromator.....	16
3.5.4 Peralatan Pendeteksi dan Pencatat	17
3.6 Cara Kerja Suatu Metode Analisis Spektrofotometri Serapan Atom	18
3.7 Gangguan Analisis	19
3.7.1 Gangguan Kimia.....	19
3.7.2 Gangguan Fisika.....	19
3.7.3 Gangguan Spektra	19
3.8 Analisis Kuantitatif	20
BAB IV METODOLOGI PENELITIAN.....	22
4.1 Bahan dan Alat yang Digunakan.....	22
4.1.1 Bahan yang Digunakan	22
4.1.2 Alat yang Digunakan.....	22
4.2 Prosedur Penelitian.....	23
4.2.1 Preparasi Larutan Standar	23
4.2.2 Preparasi Sampel	23

4.2.3 Optimasi Alat	24
4.2.4 Pengukuran Larutan Standar	24
4.2.5 Pengukuran Sampel Krim Pemutih	25
BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN.....	26
5.1 Optimasi Peralatan Spektrofotometer Serapan Atom	26
5.2 Pengukuran Larutan Standar Seng	31
5.3 Uji Parameter Spektrofotometer Serapan Atom.....	33
5.4 Penentuan Kandungan Seng dalam Krim Pemutih dengan Spektrofotometer Serapan Atom	36
BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN.....	43
6.1 Kesimpulan	43
6.2 Saran.....	43
DAFTAR PUSTAKA.....	44



DAFTAR GAMBAR

	<i>Halaman</i>
Gambar 3.1 Instrumentasi Spektrofotometer Serapan Atom	12
Gambar 3.2 Lampu Katoda Berongga.....	12
Gambar 5.1 Grafik Laju Alir Asetilen	28
Gambar 5.2 Grafik Laju Alir Udara.....	28
Gambar 5.3 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Konsentrasi Versus Absorbansi.....	32



DAFTAR TABEL

	<i>Halaman</i>
Tabel 5.1 Kondisi Optimum Peralatan Spektrofotometer Serapan Atom Untuk Logam Seng.....	27
Tabel 5.2 Parameter Spektrofotometer Serapan Atom.....	33
Tabel 5.3 Absorbansi Sampel.....	38
Tabel 5.4 Konsentrasi Sampel Krim Pemutih.....	39



DAFTAR LAMPIRAN

	<i>Halaman</i>
Lampiran 1. Optimasi Kondisi Standar Spektrofotometer Serapan Atom..	48
Lampiran 2. Pembuatan Larutan Standar	50
Lampiran 3. Perhitungan Larutan Standar dengan Berbagai Konsentrasi ..	51
Lampiran 4. Parameter Spektrofotometri Serapan Atom.....	53
Lampiran 5. Perhitungan Parameter Spektrofotometri Serapan Atom.....	54
Lampiran 6. Perhitungan Konsentrasi Sampel Krim Pemutih	56



PENENTUAN KANDUNGAN SENGG DALAM KOSMETIK DENGAN SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM

INTISARI

**ELLEN
NIM 99612020**

Seiring dengan perkembangan budaya yang semakin kompleks dan semakin berkembangnya teknologi maka berkembang pula penemuan-penemuan diantaranya tentang produk-produk kosmetik antara lain krim pemutih. Hal itu timbul karena keinginan seseorang khususnya wanita yang menghias dan mempercantik dirinya. Di dalam krim pemutih terdapat logam berat sengg yang memiliki efek positif dan efek negatif. Untuk mengetahui seberapa besar kandungan logam berat sengg didalam krim pemutih maka dilakukan penelitian penentuan kandungan sengg dalam krim pemutih dengan spektrofotometri serapan atom.

Penelitian ini dilakukan melalui 3 tahap, tahap pertama yaitu pembuatan larutan standar 1000 ppm, tahap kedua yaitu preparasi sampel (krim pemutih) dan sampel di abukan dalam furnace kemudian didestruksi dengan larutan HCl 37%, tahap ketiga yaitu sampel yang telah didestruksi dianalisis dengan spektrofotometri serapan atom untuk menentukan konsentrasi sengg pada sampel.

Hasil analisis menunjukkan bahwa konsentrasi sengg pada sampel A, B, C, D, dan E berturut-turut adalah: 0,0299 mg/g sampel; 0,0206 mg/g sampel; 0,0420 mg/g sampel; 0,0391 mg/g sampel dan 0,0424 mg/g sampel. Sampel yang memiliki konsentrasi logam berat sengg yang besar adalah krim pemutih E sebesar 0,0424 mg/g.

Kata kunci: krim pemutih, konsentrasi logam berat sengg, destruktif sampel, spektrofotometer serapan atom

DETERMINATION OF ZINC CONCENTRATION IN COSMETIC BY ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRY

ABSTRACT

**ELLEN
NIM 99612020**

In side of complex cultural and technological development, there are many discoveris of cosmetic production like whitening cream. All of them arise because of the will of human being especially women, to make their face good looking. The whitening cream content zinc heavy metal in a certain concentration that has a good and bad effect. To determine how much zinc concentration is in whitening cream, it needs to analyze by Atomic Absorption Spectrophotometry.

The investigation was done with three steps. The first step was making a zinc standard solution of 1000 ppm. The second step was sample preparation that was done with ashing the sample of whitening cream in a furnace and then deluting it into chloride acid solution of 37%, the last was analyzing the sample by atomic absorption spectrophotometry to determine zinc concentration in sample.

The result of analysis showed that zinc concentration of sample A: 0,0299 mg/g, sample B: 0,0206 mg/g, sample C: 0,0420 mg/g, sample D: 0,0391 mg/g and sample E: 0,0424 mg/g respectively. According to the data above, it was clear that the highest zinc concentration among the samples was sample E.

Keywords: Whitening cream, Zinc concentration, Sample preparation, Atomic absorption spectrophotometry.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Berdasarkan pada pengalaman bangsa Yunani, Mesir dan orang-orang timur, tidak terlepas menggunakan kosmetik dalam kehidupan sehari-hari. Sekali mengenal seni kosmetik ini, bangsa Romawi melatih dan mengembangkannya, meskipun dengan menggunakan batu apung untuk membersihkan gigi.

Pengolahan dan penggunaan kosmetik telah ada sejak jaman sejarah dan kemungkinan dilakukan pada jaman pra sejarah. Bagian terbesar dari informasi sejarah tentang kosmetik datang dari bangsa Mesir. Wanita mesir menghitamkan kelopak dan bulu matanya dengan menggunakan *kohl* (yang tersusun dari salah satu sulfida timbal dan senyawa tembaga), dan pada bagian bawah mata diberi warna hijau. *Henna* (pencelup/larutan berwarna coklat kemerahan) telah diekstrak dari daun tanaman *henna* yang digunakan sebagai pewarna kuku dan telapak tangan. Wanita mesir juga menggunakan penghilang kerut pada wajah yang terbuat dari minyak, lilin, dupa dan menggunakan kosmetik tersebut untuk pewarna dan penumbuh rambut. Hal ini dilakukan karena tidak ada batasan bagi seseorang untuk menjadikan dirinya cantik (Harry , 1963).

Masyarakat moderen bergantung pada kosmetik, hal ini disebabkan oleh banyak dan beragamnya jenis kosmetik ini. Masing-masing kosmetik ini telah diwakili oleh banyaknya merek di pasar. Beberapa penemuan penting telah

berkembang pada pangsa pasar kosmetik selama lebih dari seratus tahun. Kemasan yang bisa dilipat (1980), zat kimia untuk mengkritingkan rambut (1920), shampo (1930), kemudian juga fluoride untuk pasta gigi.

Kosmetik yang digunakan pada abad kedua puluh ini merupakan bagian dari kemajuan teknologi. Jumlah yang menggunakan dan prospek potensial dari konsumen, termasuk konsumen kosmetik, kemungkinan akan terus bertambah seiring dengan perkembangan budaya yang semakin kompleks dan akan lebih terfokus pada pasar kosmetik.

Seiring dengan kecanggihan teknologi pembuatan produk kosmetik pada jaman moderen ini lebih banyak menggunakan bahan-bahan kimia sebagai bahan dasar daripada bahan-bahan yang berasal dari alam, alasannya karena bahan kimia lebih praktis dengan pengerjaan yang lebih cepat. Bahan kimia tersebut memiliki efek yang negatif antara lain kandungan logam berat dalam kosmetik yaitu logam berat seng. Salah satu dari berbagai macam produk kosmetik diantaranya krim pemutih dimana didalam krim pemutih mengandung logam berat seng (Rolland, 1941). Krim pemutih digunakan untuk kulit. Didalam lapisan kulit juga terdapat logam berat seng dimana batas maksimalnya adalah 1 mg.

Seng adalah logam berat yang essential yang memiliki efek positif dan negatif. Efek positif pada seng yaitu jika pada konsentrasi yang kecil dapat mencegah iritasi, dan efek negatif timbul jika konsentrasi seng melebihi ambang batas. Efek negatif yang ditimbulkan oleh seng dalam kosmetik meliputi dua efek, yaitu efek diluar dan efek didalam. Efek luar diindikasikan dengan adanya bintik-bintik merah, rasa pedih dan gatal pada kulit (infeksi atau iritasi kulit). Sedangkan

efek didalam dapat mengganggu proses metabolisme di dalam tubuh (Rolland, 1941).

1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraian diatas mengatakan bahwa didalam kosmetik mengandung logam berat seng dimana logam berat seng tersebut mempunyai efek yang dapat mengganggu kesehatan,sehingga dapat diambil rumusan masalah yaitu menentukan kandungan seng dalam krim pemutih dengan metode spektrofotometer serapan atom

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini menitikberatkan pada penentuan kandungan seng dalam beberapa krim pemutih secara kuantitatif dengan menggunakan metode spektrofotometri serapan atom.

1.4 Manfaat Penelitian

Memberikan informasi kepada masyarakat mengenai kandungan logam berat seng pada beberapa macam produk kosmetik khususnya krim pemutih, yang memiliki efek positif dan efek negatif.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

Penentuan kandungan seng dalam produk kosmetik dengan metode spektrofotometri serapan atom adalah metode yang cepat karena spektrofotometri serapan atom merupakan salah satu metode analisis instrumental yang digunakan untuk analisis kuantitatif unsur-unsur logam dan semi logam di dalam suatu sampel. Aspek analisis kuantitatif ditunjukkan oleh perhitungan-perhitungan dari hasil analisis.

Bagian terpenting pada penentuan kandungan seng dalam pada berbagai produk kosmetik dengan metode spektrofotometri serapan atom yaitu pada preparasi dengan cara destruksi sampel (Achmad,2000). Proses destruksi merupakan langkah penting yang vital mempengaruhi ketepatan analisis unsur-unsur kelumit / mikro dalam asam anorganik, misalnya Asam Nitrat, Asam Sulfat, dan Asam Klorida. Asam anorganik dapat digunakan untuk destruksi beberapa sampel. Asam anorganik adalah matriks yang dapat diterima pada spektrofotometri serapan atom. Beberapa sampel membutuhkan larutan asam misalnya HCl dan H₂SO₄ untuk destruksi yang sempurna, asam-asam tersebut mungkin mengganggu dalam analisis beberapa logam. HCl dan H₂SO₄ dapat digunakan untuk bahan-bahan anorganik yang sulit dihancurkan.

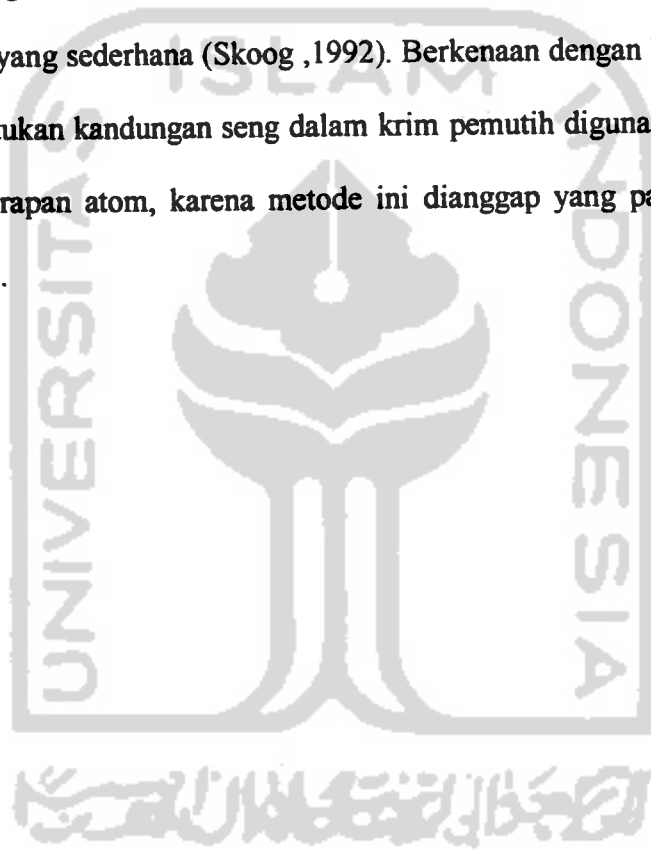
Patrick (2000), mengatakan penentuan seng dengan polarografi adalah metode langsung dari fase organik sesudah ekstraksi dari kompleksnya didalam

pelarut organik. Faktor sensitivitasnya sangat rendah, membutuhkan waktu yang lama, membutuhkan gas nitrogen murni untuk melarutkan oksigen dari fase organik selama 10 – 15 menit. Meskipun metode Voltametri lebih sensitif, metode ini tergantung pada temperatur, pH, konsentrasi reagen, daerah permukaan dari elektroda dan pembentukan standar dari film dalam elektroda. Praveen (2000), mengatakan Penentuan seng dengan voltametri merupakan metode analisis secara kualitatif dan kuantitatif yang memiliki sensitivitas yang tinggi, teliti, dan hanya untuk sampel yang kecil.

Sampel yang dianalisis dengan spektrofotometri serapan atom harus dalam bentuk larutan, dan ini biasanya membutuhkan destruksi untuk memecah ikatan dengan seng. Dekomposisi sampel adalah salah satu langkah yang penting dalam teknik analisis unsur-unsur kelumit yang menggunakan metode pengukuran spektroskopi atom, dan voltametri (Yang, 1990). Pemilihan metode dekomposisi sampel sangat mempengaruhi keberhasilan suatu analisis. Dekomposisi yang baik harus dapat menguraikan sampel secara efektif, meskipun tidak harus merupakan dekomposisi yang sempurna (Johnson dan Maxwell, 1981), Sandell (1959), mengatakan secara garis besar ada dua cara yang biasa dipergunakan yaitu destruksi kering (pengabuan kering) dan destruksi basah (pengabuan basah). Dalam metode destruksi kering, sampel dipanaskan pada temperatur > 500 °C. Keuntungan metode ini adalah sederhana dan terhindar dari pengotor seperti dalam metode destruksi basah. Namun, dapat terjadi kehilangan unsur-unsur kelumit tertentu. Disamping itu, mungkin juga terjadi reaksi antara unsur dengan bahan wadah. Destruksi kering material yang berisi unsur yang rendah dalam

wadah silika atau porcelain. Unsur-unsur dalam fraksi yang cukup besar akan teradsorpsi pada permukaan wadah dengan membentuk suatu silikat yang tidak dapat dihancurkan seluruhnya oleh asam.

Spektrofotometer serapan atom memiliki beberapa keunggulan antara lain selektif, sensitif, spesifik (analisis unsur tertentu dengan panjang gelombang atau garis resonansi yang sesuai) untuk analisis logam runtuhan serta relatif murah dengan pengerjaan yang sederhana (Skoog, 1992). Berkaitan dengan hal tersebut maka untuk menentukan kandungan seng dalam krim pemutih digunakan metode spektrofotometri serapan atom, karena metode ini dianggap yang paling sesuai dalam penelitian ini.



BAB III

DASAR TEORI

3.1 Kosmetik

Kosmetik adalah bahan atau campuran bahan yang digosokkan, dilekatkan, dituangkan, dipercikkan atau disemprotkan ke tubuh manusia (kulit, rambut, kuku dan bibir) dengan tujuan untuk membersihkan, memelihara, mempercantik, mengharumkan, menghilangkan bau badan, mengubah rupa dan seterusnya, dan tidak termasuk obat (Michael dan Irene Ash, 1977).

Sebagian besar dari kosmetik dapat dibuat dengan menggunakan peralatan laboratorium yang relatif tidak mahal, dan hanya membutuhkan beberapa kombinasi dari pencampuran, penghalusan, dan pemanasan. Lagipula para ahli kimia dapat melakukan percobaan dengan formula yang beragam dan tidak mengeluarkan banyak uang.

3.1.1 Krim pemutih

Krim pemutih mengandung seng oksida dan seng peroksida yang dapat mengurangi kecenderungan rangsangan dalam jumlah persentase yang kecil dan akan menyebabkan iritasi pada kulit pada persentase yang besar. Seng oksida dalam krim pemutih 4 % dan seng peroksida 8 %. Krim pemutih yang mengandung seng peroksida harus diberi petunjuk penggunaan dan peringatan

penggunaannya, karena memiliki efek yang negatif pada penggunaan dengan konsentrasi yang cukup besar dan dalam waktu yang lama.

Komposisi krim pemutih yaitu Hidrogenasi lemak hewani sebanyak 88 %, Seng Peroksida sebanyak 8 % dan Seng Oksida sebanyak 4 %. Berdasarkan pada komposisi tersebut total seng dalam krim pemutih adalah 12 % dalam 1000 mg krim pemutih. Fungsi penambahan seng peroksida adalah sebagai pemutih, dalam konsentrasi yang sangat rendah sangat dibutuhkan oleh kulit yaitu untuk regenerasi kulit dan dalam konsentrasi yang tinggi dapat menyebabkan iritasi yang ditandai oleh bintik-bintik merah, rasa gatal dan perih pada kulit. Fungsi penambahan seng oksida juga untuk mencegah iritasi dalam konsentrasi yang rendah dan akan ada efek negatif dalam konsentrasi yang tinggi (Roland,1941).

Total seng dalam jaringan kulit adalah 1 mg, jika melebihi konsentrasi tersebut maka akan menyebabkan gangguan pada kulit, bila terjadi penimbunan atau penumpukan logam seng di dalam lapisan kulit akan sangat berbahaya karena di dalam lapisan kulit terdapat aliran darah merah yang sangat membantu pada proses metabolisme di dalam tubuh, bila logam berat seng dalam jumlah yang besar melalui aliran darah merah maka akan mengganggu sistem metabolisme yaitu dapat menyebabkan keracunan (total seng dalam tubuh 1.4 – 2.5 g) (Linder ,1985). Logam seng juga dapat meningkatkan pembentukan sel darah putih sehingga jika darah putih lebih banyak daripada darah merah maka akan menyebabkan penyakit leukimia. Kekurangan seng dalam tubuh juga akan menyebabkan : gangguan pertumbuhan, luka-luka yang sulit sembuh,

perkembangan jenis kelamin yang tidak normal pada anak laki-laki dan hilangnya rasa serta penciuman yang akut.

3.1 Logam Seng

Seng berwarna putih kebiru-biruan dengan spesifikasi gravity 7.14, memiliki titik leleh 410 °C dan titik didih 906 °C. Pada tabel periodik, seng termasuk golongan II B, dengan simbol Zn, memiliki nomor atom 30, dan berat atom 65,37. Seng memiliki konfigurasi (Ar) 3d¹⁰ 4s², sehingga seng termasuk unsur logam transisi karena adanya elektron yang menempati kulit d. Unsur seng tidak memberi tingkat oksidasi selain +2, (Agustianti, 1998). Seng mudah larut dalam segala jenis asam, seng yang benar-benar murni tidak akan larut dalam asam dengan kecepatan yang mudah terukur, kecuali dengan HNO₃, (Leighoo, 1942). karakteristik dari logam berat adalah sebagai berikut :

- a. Memiliki spesifikasi gravity yang sangat besar (lebih dari 4)
- b. Memiliki nomor atom 22 s/d 34 dan 40 s/d 50 serta unsur-unsur Lantanida dan Aktinida
- c. Memiliki respon biokimia khas (spesifik) pada organisme hidup

Seng adalah logam yang murni, melarut lambat sekali dalam asam dan dalam alkali, adanya zat-zat pencemar atau kontak dengan platinum atau tembaga yang dihasilkan oleh penambahan beberapa tetes larutan garam dari logam-logam ini dapat mempercepat reaksi. Penelitian saat ini menyatakan bahwa seng dengan mudah larut dalam asam klorida encer dan asam sulfat encer dengan mengeluarkan gas hidrogen. reaksinya adalah :



3.2 Preparasi Sampel

Preparasi yang digunakan pada penentuan kandungan seng dalam krim pemutih yaitu preparasi dengan destruksi kering, destruksi untuk memecah ikatan yang ada pada krim pemutih yaitu ikatan antara lemak hewani dengan seng. Pada penelitian ini menggunakan preparasi dengan destruksi kering (pengabuan kering), dimaksudkan agar hasil yang didapatkan maksimal. Dalam destruksi kering sampel dipanaskan pada temperatur $> 500^{\circ}\text{C}$ dimaksudkan untuk memecah ikatan yang terjadi pada krim pemutih, (Sandell, 1959).

3.4 Spektrofotometer Serapan Atom

3.4.1 Prinsip serapan atom

Metode spektrofotometri serapan atom berdasarkan pada absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu, sesuai dengan sifat atom. Sifat khas cahaya ditentukan oleh panjang gelombang, sedangkan sifat khas suatu atom ditentukan oleh jumlah elektron yang mengelilingi inti. Misalnya Seng menyerap pada panjang gelombang 213.9 nm dan 308 nm. Cahaya pada panjang gelombang ini mempunyai energi yang cukup untuk mengeksitasikan elektron. Transisi elektronik suatu atom bersifat spesifik. Suatu elektron pada keadaan dasar tingkat energinya dinaikkan sehingga elektron akan ke tingkat eksitasi (terekstisasi). Setiap elektron mempunyai tingkat eksitasi yang berbeda-beda.

Spektrofotometri serapan atom adalah metode yang baik dalam penentuan seng karena merupakan salah satu metode analisis instrumental yang digunakan

untuk analisis kuantitatif unsur-unsur logam dan semi logam, di dalam suatu sampel. Analisis kuantitatif ditunjukkan oleh perhitungan-perhitungan dari hasil analisis. Keuntungan menggunakan spektrofotometer serapan atom dibanding cara analisis kimia lain diantaranya :

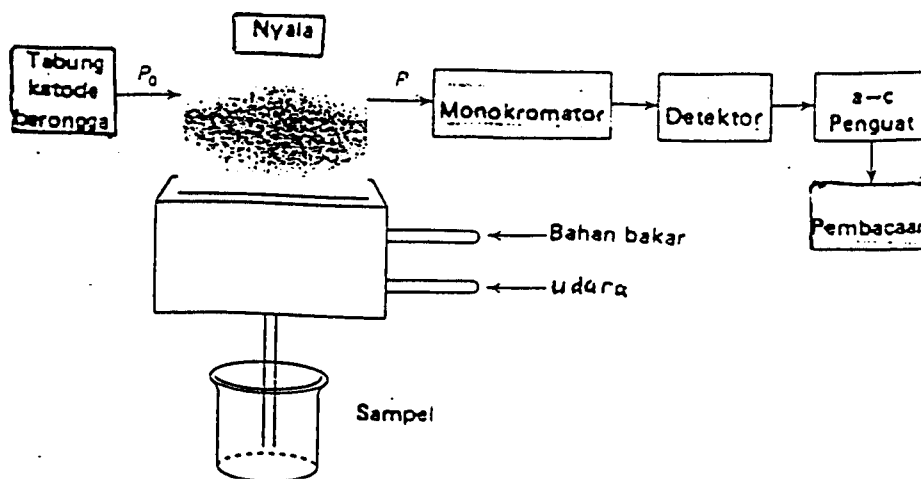
- Kecepatan analisis.
- Ketelitian sampai ke tingkat runtu.
- Tidak memerlukan pemisahan pendahuluan.

3.5 Instrumentasi

Terdapat lima bagian pokok dalam setiap pengamatan eksternal, yaitu :

1. Sumber cahaya
2. Peralatan pengatom (sistem absorpsi)
3. Monokromator
4. Detektor
5. Pencatat

Kelima bagian ini dirangkaikan menjadi suatu peralatan spektrofotometer serapan atom seperti yang ditunjukkan pada gambar 3.1

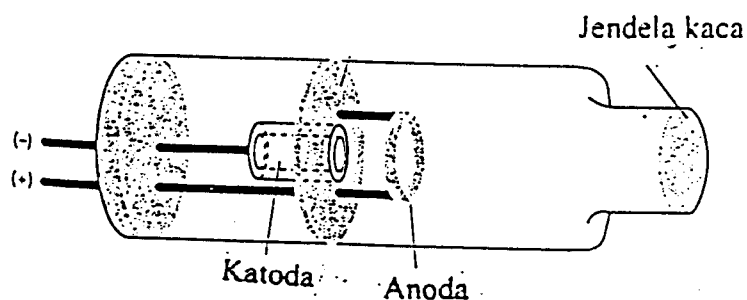


Gambar 3.1. Instrumentasi Spektrofotometer Serapan Atom
(Harris, 1996)

3.5.1 Sumber cahaya

Sumber cahaya diperlukan untuk menghasilkan sinar yang dapat diserap oleh atom-atom dari unsur yang diperiksa. Sumber cahaya yang digunakan yaitu sumber cahaya yang dapat menghasilkan sinar dengan spektrum diskret. Sinar yang dihasilkan dari sumber cahaya diskret ini mempunyai garis spektra yang kecil tetapi mempunyai intensitas sinar yang besar. Sumber cahaya yang digunakan ada 2 macam, yaitu *hollow-cathode lamps* dan *electrodeless discharge lamps*.

Hollow-cathode lamps (lampu katoda berongga) merupakan sumber cahaya yang paling banyak digunakan. Secara skematis *hollow-cathode lamps* dapat digambarkan seperti gambar berikut :



Gambar 3.2. Lampu Katoda Berongga
(Harris, 1996)

Katoda terbuat dari logam berbentuk rongga yang didapat dengan unsur tertentu. Anoda terbuat dari kawat wolfram. Kedua elektroda ini berada di dalam suatu bejana kaca tertutup yang berbentuk silinder yang berisi gas mulia (Ne, He, Ar) dan bertekanan rendah sekitar 2-3 mmHg. Jendela kaca terbuat dari kaca kuarsa. Untuk sinar-sinar ultraviolet digunakan kaca kuarsa. Kedua elektrode ini dikenai arus listrik sebesar 1-50 mA dengan tegangan yang cukup tinggi, yaitu 350-500 V. Perbedaan tegangan maka molekul gas mulia di sekitar anoda akan terionisasi dan bermuatan positif. Dengan kecepatan tinggi ion-ion ini akan tertarik ke katoda. Benturan ion-ion gas pada katoda akan menyebabkan terpentalnya atom-atom logam dari katoda tersebut. Benturan lebih lanjut antara ion-ion gas mulia dan atom-atom metal yang terpental tersebut akan mengakibatkan ion-ion atom-atom akan tereksitasi.

Katoda terbuat dari logam berbentuk cekung yang sejenis dengan unsur yang akan dianalisis. Sedangkan anoda terbuat dari kawat wolfram. Kedua elektroda ini berada di dalam suatu bejana kaca tertutup yang berbentuk silinder yang berisi gas mulia (Ne, He, Ar) dan bertekanan rendah sekitar 2-3 mmHg. Jendela kaca terbuat dari kaca kuarsa atau kaca karboksilat, tergantung pada sinar-sinar yang akan dihasilkan oleh katoda. Untuk sinar-sinar ultraviolet digunakan kaca karboksilat. Kedua elektrode ini dikenai arus listrik sebesar 1-50 mA dengan tegangan yang cukup tinggi, yaitu 350-500 V. Arus listrik dengan tegangan tinggi akan mengakibatkan molekul gas mulia di sekitar anoda akan terionisasi dan bermuatan positif. Dengan kecepatan tinggi ion-ion ini akan tertarik ke katoda. Benturan ion-ion gas pada katoda akan menyebabkan terpentalnya atom-atom

logam dari katoda tersebut. Benturan lebih lanjut antara ion-ion gas mulia dan atom-atom metal yang terpental tersebut akan mengakibatkan ion-ion atom-atom akan tereksitasi.

Hollow-cathode lamps dapat dibuat dengan satu jenis logam biasa saja (*single cathode lamps*) maupun lebih dari satu jenis logam yang diletakkan secara terpisah (*multi cathode lamps*). Keuntungan *multi cathode lamps* diantaranya untuk analisis unsur yang berbeda tidak perlu mengganti lampu asalkan terdapat katoda yang berasal dari logam yang sama dengan unsur yang dianalisis.

Kualitas *Hollow-cathode lamps* diukur dengan intensitas sinar yang dihasilkan. Intensitas sinar ditentukan oleh beberapa faktor, diantaranya :

- Efisiensi benturan ion-ion katoda

Faktor ini merupakan faktor yang paling utama. Agar pembenturan ini efisien maka tenaga kinetik gas harus lebih besar dibandingkan tenaga kisi (*lattice energy*) logam yang ditumbuk.

- Arus dan potensial listrik antara kedua elektroda

Semakin besar arus dan potensial listrik kinetiknya sehingga atom yang tereksitasi semakin banyak dan sinar yang dihasilkan semakin terang. Namun bila terlalu banyak atom yang terpental keluar dan berkumpul di depan katoda justru akan mengurangi intensitasnya.

3.5.2 Peralatan pengatom (atomizer) atau sistem absorpsi

Sistem absorpsi diperlukan untuk menyediakan media atom-atom netral yang nantinya dapat melakukan penyerapan sinar. Sistem yang dipakai ada 2 macam yaitu sistem dengan nyala api, tanpa nyala (elektrotermal).

Atomisasi dengan nyala api merupakan cara pengatom dalam spektrofotometri serapan atom yang hingga saat ini masih banyak digunakan. Sistem ini sama halnya dengan flamefotometri, yaitu dengan menggunakan penyemprotan dan pengkabutan ke dalam suatu alat yang kemudian dibakar dengan bahan bakar gas. Bahan bakar gas yang digunakan umumnya adalah propana, butana, hidrogen dan asetilen. Sedangkan oksidatornya adalah udara, oksigen, N_2O dan asetilen.

Efisiensi pengatom ini tergantung pada sifat-sifat fisik larutan sampel, cara penyemprotan dan pengkabutannya serta jenis bahan bakar yang digunakan. Proses atomisasi dengan nyala api berlangsung melalui 5 tahap, yaitu :

- a. Penyemprotan dan pengkabutan larutan.
- b. Pengendapan butir cairan.
- c. Pencampuran butir cairan dengan gas pembakar.
- d. Disulvasi butir cairan.
- e. Penguraian atau pemecahan senyawa.

Penyemprotan dan pengkabutan dapat dilakukan dengan menggunakan peralatan pengkabut atau *nebulator*. Pada saat melewati *ventury* akan memberikan penurunan tekanan dan menyebabkan larutan mengalir melalui pipa kapiler

dengan kecepatan yang bisa diatur antara 1-4 mL/menit. Karena bercampur dengan aliran udara yang bergerak sangat cepat, maka larutan ini akan berubah ke bentuk kabut dengan butir aliran sebesar 1-100 mikron. Butir-butir cairan ini akan dibawa seterusnya ke dalam *spray chamber*. Pada saat menumbuk bola gelas maka kecepatan polaritasnya akan sangat berkurang dan terjadi pemecahan butir-butir yang lebih kecil. Butir-butir cairan yang lebih besar mengendap melalui saluran pengeluaran. Sedang butir-butir cairan yang halus dan seragam akan masuk ke dalam nyala api. Jumlah cairan yang masuk ke dalam nyala api hanyalah 10 % dari cairan yang mula-mula. Gas pembakar juga dimasukkan ke dalam *spray chamber* bersama-sama dengan O₂ dan butir-butir cairan tadi dan dibakar pada *burner* *heatnya* sehingga butir cairan mengalir menjadi butir zat atau disulvasi dan keluar menjadi atom-atomnya.

Penentuan seng dengan nyala api karena di dalam nyala api terdapat *nebulizer* yang berfungsi mengubah larutan seng menjadi uap atau aerosol halus dimasukkan ke dalam nyala untuk atomisasi. Atomisasi dengan nyala memberikan hasil pengukuran yang lebih sensitif daripada sistem atomisasi elektrotermal karena atomisasi nyala dikerjakan pada temperatur yang relatif rendah (700–900°C), sedangkan atomisasi elektrotermal dikerjakan dengan temperatur yang tinggi.

3.5.3 Monokromator

Fungsi monokromator adalah untuk mengisolir salah satu garis resonansi dari sekian banyak spektrum yang dihasilkan oleh *hollow-cathode lamps*.

Monokromator harus dapat mengisolir hanya satu garis resonansi. Kesanggupan untuk memisahkan spektrum sinar (resolusi) merupakan faktor yang paling penting dari suatu monokromator. Dalam absorpsi atom, monokromator yang dibutuhkan umumnya mempunyai resolusi 0,2 nm bahkan sampai dengan 0,03 nm. Resolusi yang bagus umumnya dicapai dengan menggunakan grating, yang terbuat dari bahan kenyal, biasanya epostiresin berbentuk persegi yang dilapisi dengan lapisan tipis Al. Pada lapisan Al dibuat garis lurus sebanyak 500–3000 garis per nm. Garis-garis ini sangat lurus, sejajar, berjarak dan bentuknya sama. Sinar yang mengenai garis-garis ini akan terpental (difraksi) dan didispersikan dengan sudut yang berbeda sesuai dengan panjang gelombangnya.

3.5.4 Peralatan pendeteksi dan pencatat

Willard (1994), mengemukakan bahwa detektor berfungsi untuk mendeteksi sinyal-sinyal yang diterima dan diterjemahkan menjadi informasi-informasi analitis berupa pembacaan (bagian yang menampilkan suatu angka atau gambar yang dapat dibaca). Detektor yang digunakan tergantung pada jenis monokromatornya. Detektor yang paling banyak digunakan adalah fotomultiplikator (*photomultiplier*) yang gunanya untuk merubah energi radiasi menjadi energi listrik.

Sinyal-sinyal listrik yang berasal dari detektor sebelum masuk pencatat (*recorder*) dikuatkan dulu dengan *amplifier* sehingga keluar angka digital yang mudah dibaca.

3.6 Cara Kerja Suatu Metoda Analisis Spektrofotometri Serapan Atom

Cara kerja suatu metoda analisis spektrofotometri serapan atom biasanya diukur dengan limit deteksi, ketelitian dan ketepatan metode tersebut..

Limit deteksi yaitu spektrofotometer modern yang memiliki kemampuan yang cukup untuk membedakan signal absorbansi yang besarnya lebih kecil daripada 0.0044. Sensitivitas dan limit deteksi dipengaruhi oleh variabel-variabel pengukuran seperti temperatur atomisasi, lebar celah monokromator, sensitivitas detektor, dan cara pemrosesan signal. Oleh karena optimasi variabel-variabel ini sangat diperlukan dalam spektrofotometri serapan atom.

Ketelitian suatu metode analisis yaitu dengan cara suatu larutan yang memiliki konsentrasi misal 1 ppm diukur sebanyak 5 kali dengan larutan yang sama maka didapatkan konsentrasi yang sama yaitu 1 ppm.

Ketepatan suatu metode analisis merupakan suatu ukuran yang menggambarkan kesesuaian antara hasil analisis suatu unsur dengan metode itu, dengan kandungan sesungguhnya unsur itu dalam sampel yang dianalisis. Ketepatan suatu analisis sangat ditentukan oleh ada tidaknya kesalahan sistematik (misalnya interferensi) selama berlangsungnya analisis tersebut. Apabila tidak terdapat kesalahan sistematik selama analisis, metode spektrofotometri serapan atom dapat menghasilkan data analisis dengan ketepatan yang tinggi.

3.7 Gangguan Analisis

Gangguan analisis dalam spektrofotometer serapan atom dapat dibedakan menjadi gangguan kimia, gangguan fisika, gangguan spektra, (Narsito, 1992).

3.7.1 Gangguan kimia

Gangguan ini terjadi karena keterlibatan reaksi kimia yang dapat menurunkan konsentrasi uap atom dalam ruang atomisasi. Reaksi kimia ini dapat terjadi baik dalam fase cair sebelum atomisasi maupun dalam fase gas selama proses atomisasi.

3.7.2 Gangguan fisika

Gangguan ini terjadi apabila dalam atomizer terbentuk partikulat yang tentu saja akan menurunkan intensitas radiasi melalui hamburan cahaya. Dapat terjadi karena perbedaan sifat fisika larutan sampel dan sifat fisika larutan standar, seperti viskositas, tegangan muka, berat jenis dan kandungan garam. Biasanya dapat diatasi dengan menyamakan kondisi larutan cuplikan dan larutan standar.

3.7.3 Gangguan spektra

Gangguan ini terjadi apabila dalam atomizer terdapat spesies lain yang menyerap radiasi pada panjang gelombang yang overlap atau sangat dekat dengan daerah serapan atom unsur yang didapatkan hingga pemisahan dengan monokromator tidak dimungkinkan. Walaupun demikian gangguan spektra dalam spektrofotometer serapan atom dapat terjadi apabila dari spektra atom unsur yang

dianalisis dari garis spektra atom unsur pengganggu hanya terpisah sebesar kurang daripada 0.01 nm.

3.8 Analisis Kuantitatif

Analisis kuantitatif ditunjukkan oleh perhitungan-perhitungan dari hasil atau data analisis. Aspek kuantitatif dalam spektrofotometri serapan atom digunakan Hukum Lambert Beer . Bila sel absorpsi mempunyai ketebalan (b) dan mengandung konsentrasi (c), maka transmittan dari medium dapat dinyatakan sebagai berikut :

$$T = \log \frac{P}{P_0} = e^{-\epsilon b C}$$

$$\frac{1}{T} = \frac{P_0}{P} = e^{-\epsilon b C}$$

$$\log \frac{1}{T} = \log \frac{P_0}{P} = 10^{-\epsilon b C}$$

$$\frac{1}{T} = \frac{P_0}{P} = -\epsilon b C \quad \text{dengan } A = -\log T, \text{ sehingga,}$$

$$-A = -\epsilon b C$$

$$A = \epsilon b C$$

dimana

ϵ : absorpsivitas yang mempunyai harga untuk setiap analisis ($M^{-1}cm^{-1}$).

A : absorbansi

b : tebal nyala (cm)

C : konsentrasi (M)

T : Transmitan dari medium

P_0 : Radiasi sinar monokromatik dari lampu katoda

P : Radiasi sinar yang timbul dari sisi lain sampel

Didalam analisis kuantitatif digunakan hubungan linear antara absorbansi dan konsentrasi.



BAB IV
METODOLOGI PENELITIAN

4.1 Bahan dan Alat yang digunakan

4.1.1 Bahan yang digunakan

1. Kristal $\text{ZnSO}_4 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ p.a. (E. Merck)
2. HCl 37% p.a. (E. Merck)
3. Aquades
4. Sampel : Krim pemutih Merek A
Krim pemutih Merek B
Krim pemutih Merek C
Krim pemutih Merek D
Krim pemutih Merek E

4.1.2 Alat yang digunakan

1. Seperangkat Alat Spektrofotometer Serapan Atom (Perkin Elmer Model 3110)
2. Furnace Buatan Fischer
3. Peralatan Gelas Laboratorium
4. Neraca Analitik Buatan Sartorius

4.2 Prosedur Penelitian

4.2.1 Preparasi larutan standar

Dibuat larutan standar seng 1000 ppm yaitu dengan menimbang 4,122 gram $\text{ZnSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, kemudian dilarutkan dengan 30 mL HCl 37%, dan diencerkan dengan Aquades hingga 1000 mL.

4.2.2 Preparasi sampel

Ditimbang sampel merek A 3,2620 gram, sampel diabukan dalam furnace pada suhu 700°C , abu sampel dilarutkan dengan 2 mL larutan HCl 37%, dan diencerkan dengan aquades sampai volumenya menjadi 50 mL.

Ditimbang sampel merek B 2,2466 gram, sampel diabukan dalam furnace pada suhu 700°C , abu sampel dilarutkan dengan 2 mL larutan HCl 37%, dan diencerkan dengan aquades sampai volumenya menjadi 50 mL.

Ditimbang sampel merek C 4,2942 gram, sampel diabukan dalam furnace pada suhu 700°C , abu sampel dilarutkan dengan 2 mL larutan HCl 37%, dan diencerkan dengan aquades sampai volumenya menjadi 50 mL.

Ditimbang sampel merek D 2,5004 gram, sampel diabukan dalam furnace pada suhu 700°C , abu sampel dilarutkan dengan 2 mL larutan HCl 37%, dan diencerkan dengan aquades sampai volumenya menjadi 50 mL.

Ditimbang sampel merek E 2,0075 gram, sampel diabukan dalam furnace pada suhu 700°C , abu sampel dilarutkan dengan 2 mL larutan HCl 37%, dan diencerkan dengan aquades sampai volumenya menjadi 50 mL.

4.2.3 Optimasi alat

Dibuat konsentrasi 1,0 ppm seng serapan larutan diukur pada :

- a. panjang gelombang bervariasi, optimum pada 213,9 nm
- b. laju alir asetilen bervariasi, optimum pada 1,0 L/menit
- c. laju alir udara bervariasi, optimum pada 2,0 L/menit
- d. kuat arus lampu katoda cekung (HCL) bervariasi, optimum pada 9 mA
- e. lebar celah, optimum pada 0,7 nm
- f. tinggi burner, optimum 25 cm.

Dalam melakukan optimasi suatu variabel, variabel tersebut divariasi, sedangkan variabel lain dibuat tetap, data yang diperoleh dari b dan c, di buat grafik absorbansi versus variabel yang divariasi, data keseluruhan optimasi ada di lampiran 1.

4.2.4 Pengukuran larutan standar

Dibuat larutan standar dengan konsentrasi 0,00; 0,25; 0,50; 1,00; 1,50 dan 2,00 ppm, yaitu dengan cara : larutan standar 1000 ppm dibuat menjadi 10 ppm dalam labu ukur 50 mL.

Konsentrasi 0,00 ppm (blanko) dibuat dari 3 mL HCl diencerkan dengan aquades hingga 100 mL.

Konsentrasi 0,25 ppm dibuat dari 0,625 mL larutan standar dimasukkan dalam labu 25 mL dan diencerkan dengan aquades hingga 25 mL.

Konsentrasi 0,50 ppm dibuat dari 1,250 mL larutan standar dimasukkan dalam labu 25 mL dan diencerkan dengan aquades hingga 25 mL.

Konsentrasi 1,00 ppm dibuat dari 2,500 mL larutan standar dimasukkan dalam labu 25 mL dan diencerkan dengan aquades hingga 25 mL.

Konsentrasi 1,50 ppm dibuat dari 3,750 mL larutan standar dimasukkan dalam labu 25 mL dan diencerkan dengan aquades hingga 25 mL.

Konsentrasi 2,00 ppm dibuat dari 5,000 mL larutan standar dimasukkan dalam labu 25 mL dan diencerkan dengan aquades hingga 25 mL.

Larutan standar dengan berbagai konsentrasi di atas diukur dengan spektrofotometer serapan atom.

4.2.5 Pengukuran sampel krim pemutih

Pengukuran sampel dilakukan dengan cara mengambil larutan sampel dari hasil preparasi sampel kemudian diukur dengan spektrofotometer serapan atom

BAB V

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

5.1 Optimasi Peralatan Spektrofotometer Serapan Atom

Alat spektrofotometer serapan atom harus dioptimasi terlebih dahulu untuk memperoleh hasil analisis yang baik. Optimasi alat dilakukan 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 untuk atom-atom tersebut dan kemudian berubah ke keadaan eksitasi. Semakin banyak atom keadaan dasar maka radiasi yang diserap makin banyak pula. Pada kondisi optimum akan diperoleh serapan yang maksimum.

Parameter yang dioptimasi adalah panjang gelombang, laju alir asetilen sebagai bahan bakar, laju alir udara sebagai oksidan, kuat arus lampu katoda cekung (HCL), lebar celah dan tinggi burner. Pada kondisi optimum perubahan serapan akibat perubahan konsentrasi akan lebih sensitif. Kondisi optimum peralatan spektrofotometer serapan atom disajikan pada tabel 5.1.

Atom pada lampu katoda cekung (HCL) yang tereksitasi akan memancarkan radiasi pada panjang gelombang tertentu. Ketika kembali ke keadaan dasar panjang gelombang yang dipilih antara panjang gelombang tersebut adalah panjang gelombang yang menghasilkan garis spektrum yang

tajam dengan intensitas yang tinggi. Inilah yang disebut garis resonansi (Khopkar, 1990).

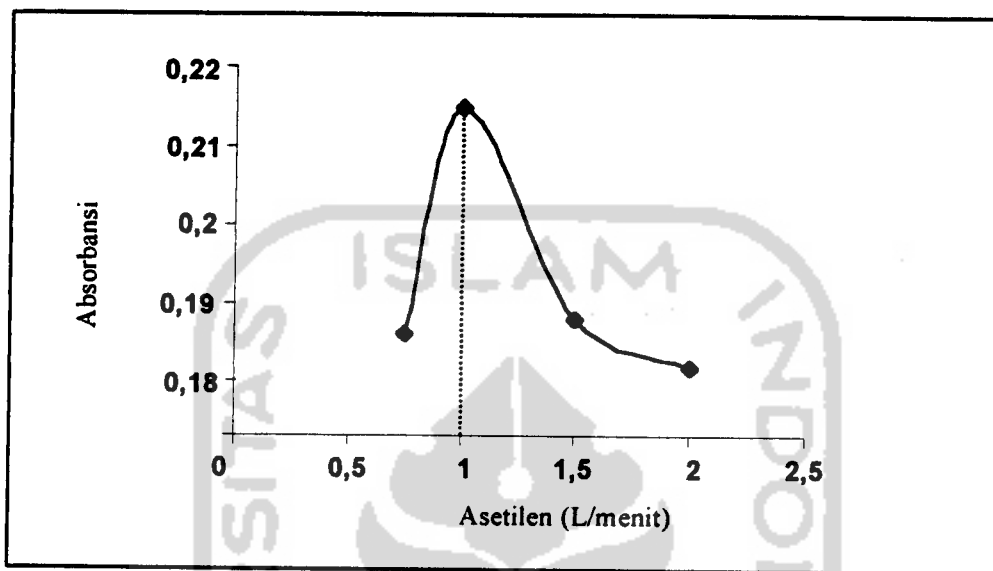
Tabel 5.1. Kondisi optimum peralatan spektrofotometer serapan atom untuk logam seng

Parameter	Kondisi Optimum
Panjang gelombang	213,9 nm
Laju alir asetilen	1,0 L/menit
Laju alir udara	2,0 L/menit
Kuat arus lampu katoda cekung	9,0 mA
Lebar celah	0,7 nm
Tinggi Burner	25 cm

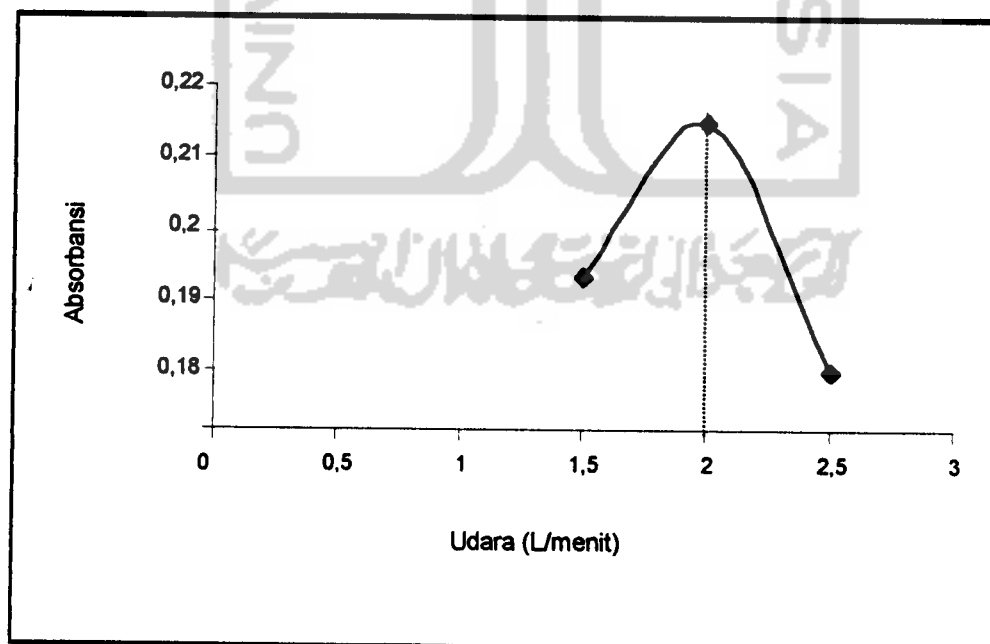
Pada penentuan kandungan seng dalam krim pemutih dilakukan pada panjang gelombang 213,9 nm. Panjang gelombang ini merupakan panjang gelombang optimum untuk logam seng yang paling kuat menyerap garis untuk transisi elektronik dari tingkat dasar ke tingkat eksitasi karena pada panjang gelombang 213,9 nm memiliki energi yang lebih besar daripada panjang gelombang 308 nm, yaitu sebesar $9,288.10^{-19}$ Joule. Dari hasil penelitian didapat serapan sebesar 0,215. Data selengkapnya disajikan dalam lampiran 1.

Pada penelitian penentuan kandungan seng dalam krim pemutih digunakan asetilen sebagai bahan bakar dan udara sebagai oksidan. Khopkar (1990), mengatakan atom seng mudah diuapkan sehingga dapat

ditentukan pada suhu rendah. Asetilen - udara menghasilkan temperatur $\pm 2300^{\circ}\text{C}$. Hasil optimasi laju alir asetilen - udara disajikan dalam tabel dan grafik berikut :



Gambar 5.1. Grafik laju alir asetilen



Gambar 5.2. Grafik laju alir udara

Laju alir asetilen - udara yang digunakan sebagai bahan bakar adalah berturut-turut 1,0 L/menit dan 2,0 L/menit, dengan absorbansi maksimum 0,215. Asetilen dan udara berfungsi membawa sampel dalam bentuk larutan agar masuk ke dalam sistem pengkabutan yang akan mengubah sampel larutan menjadi aerosol halus (uap) yang siap masuk ke dalam sistem nyala untuk atomisasi. Adapun keuntungan atomisasi nyala asetilen - udara adalah (Narsito , 1992) :

1. Dapat memberikan hasil yang maksimal
2. Dapat digunakan untuk analisis berbagai unsur
3. Sensitivitas dan kecermatannya tinggi

Laju alir bahan bakar dan oksidan yang dibutuhkan tergantung pada ukuran pembakar (burner) dan komponen-komponen sampel.

Kuat arus lampu katoda cekung dianjurkan tergantung pada unsur yang dianalisis dan bervariasi antara 3 sampai 25 mA (Pecsok ,1976). Penggunaan kuat arus harus semaksimal mungkin karena pemberian kuat arus yang terlalu rendah akan menyebabkan intensitas lampu menjadi terlalu rendah sehingga energi yang dihasilkan juga rendah. Menurut Slavin (1978) intensitas lampu dapat diubah dengan mengubah arus lampu, tetapi peningkatan pemberian kuat arus lampu katoda cekung akan mengurangi umur lampu dan menyebabkan pelebaran garis yang dipancarkan. Menurut Chang, T.L., Gover, T.A., (1966), arus yang diaplikasikan pada lampu katoda cekung sangat mempengaruhi kepekaan penentuan seng. Arus sebesar 6 mA membutuhkan suatu *photo multiplier dynode voltage* yang

memberikan *noise* yang dapat dipertimbangkan. Oleh karena itu kuat arus 9 mA dipilih karena *rasio signal noise* adalah baik. Dalam penelitian ini absorbansi maksimal dengan ring standar deviasi atau garis penyimpangan yang kecil diperoleh pada kuat arus 9 mA dengan absorbansi 0,199 (disajikan pada lampiran 1), pada kondisi ini lampu melepaskan intensitas dengan memancarkan sinar garis spektrum. Slavin (1978), mengatakan tekanan dan suhu yang rendah (500 - 600 k) akan memberikan garis spektrum yang kecil. Intensitas lampu yang tinggi dapat memberikan konsentrasi dan sensitivitas yang tinggi pula, tetapi jika kuat arus terlalu tinggi akan menurunkan intensitas dan sensitivitas pengukuran.

Pada kuat arus 9 mA arus listrik akan mengalir karena perpindahan katoda gas pengisi diantara dua elektroda. Kation gas pengisi akan memiliki energi kinetik yang cukup untuk melepaskan sejumlah atom logam seng pada katoda. Sehingga terbentuk uap atom logam seng, arus lampu sebesar 9 mA dapat mengemisikan garis-garis spektra atom sebagai akibat dari loncatan arus listrik melalui uap atom logam seng (Slavin, 1978).

Lebar celah mengontrol gangguan spektra tertentu misalnya garis-garis yang terabsorpsi dari gas pengisi lampu katoda cekung, garis-garis yang tidak terabsorpsi dari logam katoda, dan pita-pita molekul dalam nyala. Pengaturan sinar yang masuk mengurangi gangguan ini, tetapi tidak seluruhnya efektif. Gangguan-gangguan tersebut dapat dikontrol dengan mengurangi lebar celah. Slavin (1978), mengatakan lebar celah yang baik sekitar 10 μm yang dapat menghasilkan setengah lebar intensitas dari garis

yang dipancarkan oleh lampu katoda cekung melalui pita molekul. Pada penelitian ini kondisi optimum pada lebar celah 0,7 nm. Lebar celah 0,7 nm memiliki ukuran yang lebih kecil daripada 10 μm , sehingga lebar celah 0,7 nm lebih efektif untuk mengurangi gangguan spektra. Semakin kecil lebar celah yang digunakan akan memperkecil gangguan spektranya.

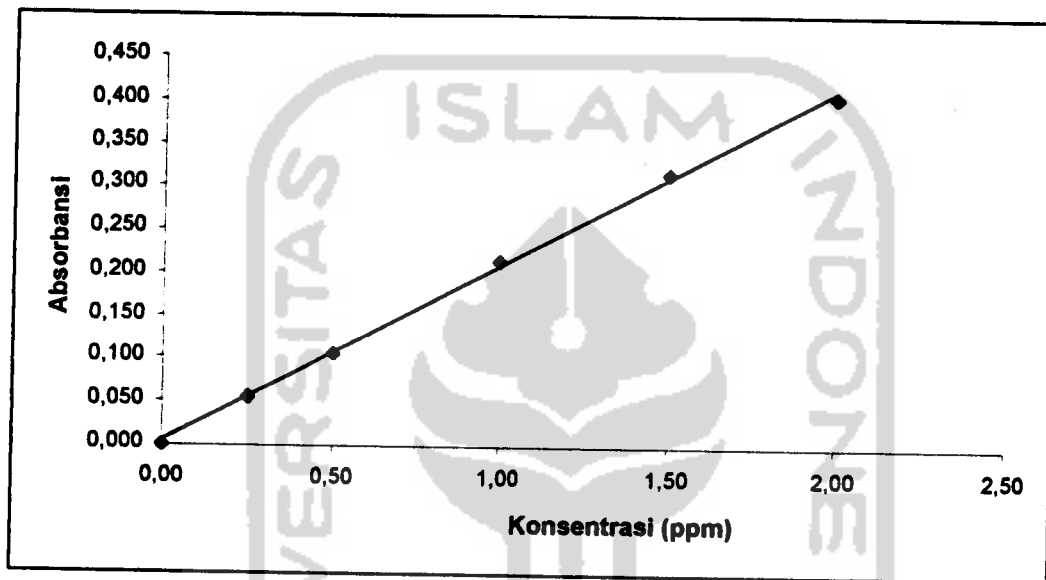
Lebar celah monokromator harus dipilih untuk mengoptimasi *signal to noise ratio*. Lebar celah dalam spektrofotometer serapan atom harus sebesar yang diperlukan untuk mengisolasi garis spektra yang digunakan (garis resonansi). Lebar celah yang sangat sempit diperlukan hanya bila spektra emisi sumber radiasi adalah sangat kompleks dan memiliki garis spektra emisi lain yang sangat berdekatan dengan garis resonansi yang akan digunakan (Narsito, 1992).

Pada penelitian penentuan kandungan seng dalam krim pemutih, tinggi burner sebagai pembakarnya adalah 25 cm, yang memberikan jalan optis nyala untuk meningkatkan kepekaan.

5.2 Pengukuran Larutan Standar Seng

Larutan standar seng dibuat dengan konsentrasi 0,00; 0,25; 0,50; 1,00; 1,50, dan 2,00 ppm dari larutan standar yang sebelumnya dibuat dengan konsentrasi 1000 ppm, yaitu dilakukan dengan cara pengenceran. Untuk perhitungan selengkapnya disajikan pada lampiran 2 dan 3, yang kemudian dianalisis dengan spektrofotometer serapan atom dimulai dari konsentrasi 0,00 ppm (blanko) yaitu larutan dari campuran air dengan asam

klorida sampai konsentrasi 2,00 ppm, sehingga didapat absorbansi masing-masing konsentrasi larutan standar, yang kemudian dibuat kurva kalibrasi konsentrasi versus absorbansi. Hasil pengukuran larutan standar disajikan dalam gambar kurva kalibrasi larutan standar konsentrasi versus absorbansi berikut :



Gambar 5.3. Kurva kalibrasi larutan standar konsentrasi versus absorbansi

Dari data tersebut di atas, didapatkan kurva kalibrasi standar linier, sehingga menggunakan persamaan linier yaitu $y = 0,2038x + 4,277 \cdot 10^{-3}$

Dimana y adalah absorbansi, b adalah slope, x adalah konsentrasi dan a adalah intersep.

5.3 Uji Parameter Spektrofotometer Serapan Atom

Suatu metoda analisis dalam spektrofotometri serapan atom dikatakan baik jika memiliki parameter yang baik, parameter tersebut adalah limit deteksi, sensitivitas, ketelitian dan ketepatan. Semuanya dapat dihitung dari data larutan standar, hasil perhitungan disajikan dalam tabel 5.2 berikut

Tabel 5.2. Parameter spektrofotometer serapan atom

No	Parameter	Hasil Perhitungan
1.	Limit deteksi	0,02195 ppm
2.	Ketelitian	1,51800
3.	Ketepatan	0,996

Perhitungan selengkapnya disajikan dalam lampiran 4 dan 5

Limit deteksi didefinisikan sebagai konsentrasi suatu unsur yang dapat menghasilkan signal sebesar tiga kali standar deviasi signal *background*. Limit deteksi berbagai logam dalam sistem atomisasi nyala berkisar antara 0,0003 - 20 µg/mL (Narsito, 1992). Untuk mengetahui apakah metoda analisis spektrofotometri serapan atom mempunyai limit deteksi yang baik atau tidak. Uji statistik akan memperjelas hal ini, (Miller dan Miller , 1991).

$$Y = 3 \text{ sd} + a$$

$$Sd = \sqrt{\frac{\sum (y_i - \hat{y}_i)^2}{n - 2}}$$

Dimana y adalah absorbansi, s_d adalah standar deviasi, a adalah intersep, n adalah jumlah data analisis dan \hat{y}_i dapat dihitung dari persamaan $y = \hat{y}_i = 0,2038 x + 4,277 \cdot 10^{-3}$ yang mana setiap konsentrasi (x) dimasukkan dalam persamaan tersebut.

Dari perhitungan didapatkan limit deteksi dari spektrofotometer serapan atom adalah 0,02195 ppm atau 0,02195 $\mu\text{g/mL}$ berarti metoda analisis dari spektrofotometri serapan atom mempunyai limit deteksi yang baik, karena berada diantara 0,0003 - 20 $\mu\text{g/mL}$. Untuk perhitungan selengkapnya disajikan dalam lampiran 4.

Ketelitian suatu metode analisis spektrofotometri serapan atom menggambarkan kesesuaian antara beberapa hasil yang telah diukur dengan cara yang sama atau dapat didefinisikan bahwa ketelitian suatu metoda analisis diukur dengan standar deviasi relatif hasil analisis dengan metoda itu terhadap rata-rata hasil analisis yang diperoleh. Untuk mengetahui apakah metoda analisis spektrofotometri serapan atom memiliki ketelitian yang baik atau tidak. Uji statistik akan memperjelas hal ini. Untuk mengukur tingkat ketelitian peralatan spektrofotometer serapan atom dilakukan penelitian dengan mengukur absorbansi yang kemudian diinterpolasi ke dalam konsentrasi dengan persamaan linier $y = 0,2038x + 4,277 \cdot 10^{-3}$, sebanyak lima kali dengan larutan yang mempunyai konsentrasi yang sama yaitu 1,00 ppm. dari kelima data yang didapat dibuat rata-rata dengan tingkat kepercayaan 95% (dengan tingkat probabilitas 5%) dapat dihitung dengan menggunakan persamaan :

$$t \text{ hitung} = \frac{\bar{x} - \mu}{sd / \sqrt{n}}$$

Artinya jika nilai daripada t hitung lebih besar daripada t tabel maka alat tersebut dikatakan mempunyai tingkat ketelitian yang tinggi. Dimana \bar{x} adalah rata-rata hasil konsentrasi dari pengukuran sebanyak lima kali, μ adalah konsentrasi yang sebenarnya, sd = standar deviasi dan n adalah jumlah data (lima data), di dapat t hitung-nya adalah 1,5180, jika $t \text{ hitung} < t \text{ tabel}$ maka metoda analisis spektrofotometri serapan atom dapat dikatakan teliti, t tabel (α ; n-1) = 0,05; 4 = 2,132. Metoda analisis yang digunakan pada penelitian ini memiliki tingkat ketelitian yang baik. Perhitungan selengkapnya disajikan dalam lampiran 5.

Ketepatan suatu metoda analisis merupakan suatu ukuran yang menggambarkan kesesuaian antara hasil analisis suatu unsur dengan metoda itu dan kandungan sesungguhnya unsur itu dalam sampel yang dianalisis. Ketepatan suatu analisis sangat ditentukan oleh ada tidaknya kesalahan sistematik selama berlangsungnya analisis tersebut, apabila tidak terdapat kesalahan sistematik selama analisis, metoda spektrofotometri serapan atom dapat menghasilkan data analisis dengan ketepatan yang tinggi. Untuk mengetahui apakah suatu metoda memiliki ketepatan yang baik atau tidak. Uji statistik akan memperjelas hal ini. Untuk mengetahui tingkat kesalahan suatu metoda dapat dihitung dengan persamaan :

$$E = \frac{|\bar{x} - \mu|}{\mu} \times 100\%$$

dengan E = persen kesalahan relatif

\bar{x} = rata-rata dari data konsentrasi yang didapat dari lima kali pengukuran

μ = nilai yang ditetapkan (1,00 ppm)

Karena nilai persen kesalahan relatif tidak boleh bernilai negatif maka dimutlakan agar bernilai positif. Dari perhitungan didapat kesalahan relatif sangat kecil yaitu 0,4 % atau 0,004 dari 100 %, sehingga ketepatannya sebesar 99,6 % atau 0,996. Metoda analisis spektrofotometri serapan atom yang digunakan untuk penelitian ini memiliki tingkat ketepatan yang tinggi sebesar 99,6 % atau 0,996. Untuk perhitungan selengkapnya disajikan dalam lampiran 5.

5.4 Penentuan Kandungan Seng dalam Krim Pemutih dengan Spektrofotometer Serapan Atom

Analisis dengan spektrofotometer serapan atom memerlukan sampel dalam bentuk larutan berair. Oleh karena itu, sampel-sampel organik harus didestruksi terlebih dahulu, krim pemutih merupakan sampel organik. Diharapkan dengan melakukan destruksi yang tertinggal hanya logam-logamnya saja. Proses ini sangat penting karena akan sangat menentukan berhasil atau tidaknya analisis.

Sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah krim pemutih yang merupakan sampel organik, sehingga untuk dapat menentukan kandungan seng yang ada dalam krim pemutih tersebut perlu dilakukan

destruksi, destruksi yang dilakukan adalah destruksi kering dimana maksud dari destruksi kering ini agar diperoleh hasil yang maksimal. Pada proses destruksi ini perlu dilakukan dengan hati-hati karena kesalahan metoda analisis berhubungan dengan destruksi sampel dan optimasi alat spektrofotometer serapan atom. Johnson dan Maxwell (1981), mengatakan asam klorida cukup luas penggunaannya pada dekomposisi sampel terutama untuk sampel yang banyak mengandung matriks organik dan asam klorida sering dikombinasikan dengan asam kuat lain. Dalam penelitian ini menggunakan asam klorida sebagai destruktur. Asam klorida digunakan untuk mendestruksi bahan organik yang ada dalam sampel krim pemutih.

Kondisi yang ideal untuk suatu analisis dengan metode spektrofotometri serapan atom harus memenuhi ketentuan bahwa larutan standar harus berada dalam matriks yang identik dengan larutan sampel. Yang dkk (1990), mengatakan unsur-unsur kelumit dalam bahan organik ada dalam bentuk berikatan secara kimia. Adanya spesies-spesies yang berikatan secara organik dengan ion-ion spesifik dalam larutan sampel yang terdekomposisi mungkin menurunkan penemuan kembali dari unsur tersebut sehingga menghasilkan kesalahan dalam analisis bila destruksi tidak sempurna. Pengukuran dilakukan pada kondisi optimum seperti disajikan pada tabel 5.3 dan lampiran 1.

Dari hasil penelitian didapatkan data absorbansi sampel :

Tabel 5.3.. Absorbansi sampel

Sampel	Absorbansi
Krim pemutih A	0,4020 ± 0,000100
Krim pemutih B	0,3660 ± 0,000100
Krim pemutih C	0,3890 ± 0,000055
Krim pemutih D	0,4035 ± 0,000099
Krim pemutih E	0,3520 ± 0,000099

Dari hasil penelitian data absorbansi menggunakan persamaan linier $y = 0,2038x + 4,277.10^{-3}$, data absorbansi dengan y adalah absorbansi dan x adalah konsentrasi, maka dapat dihitung konsentrasi masing-masing krim pemutih, dengan persamaan.

$$x = \frac{y + 4,277.10^{-2}}{0,2038}$$

x adalah konsentrasi krim pemutih dalam ppm. Lain halnya dengan krim pemutih, Ansel (1989), mengatakan krim adalah cairan kental atau emulsi setengah padat baik bertipe air dalam minyak (lemak) atau minyak (lemak) dalam air. Absorpsi krim berlemak tidak mudah dihilangkan dari kulit oleh pencucian air, rata-rata krim semua berlemak karena mengandung asam lemak palmitat. Sehingga konsentrasi dalam krim pemutih adalah berat perberat atau milligram per gram.

Dari hasil penelitian didapatkan konsentrasi sampel krim pemutih dalam mg/gram sampel.

Tabel 5.4. Konsentrasi sampel krim pemutih

No	Sampel	Konsentrasi sampel (mg/gram)
1.	Krim pemutih A	0,0299
2.	Krim pemutih B	0,0206
3.	Krim pemutih C	0,0420
4.	Krim pemutih D	0,0391
5.	Krim pemutih E	0,0424

Untuk perhitungan selengkapnya disajikan dalam lampiran 6.

Dari data di atas dapat dibuat kurva kalibrasi sampel krim pemutih terhadap konsentrasi.

Dari data diatas dapat dilihat bahwa krim pemutih pada penelitian ini mengandung logam berat seng sehingga dalam penggunaan yang sering dan waktu yang lama krim pemutih tidak layak di pergunakan. Karena pada lapisan kulit maksimal total seng adalah 1 mg (Linder, 1985). Pada permukaan kulit ada lapisan dari bahan yang diemulsikan terdiri dari pencampuran kompleks dari cairan berlemak. Keringat dan lapisan tanduk yang dapat terkelupas. Lapisan tanduk adalah lapisan sel epidermis yang telah mati, letaknya langsung di bawah lapisan yang diemulsikan. Pembuluh darah kapiler dan serabut-serabut saraf timbul dari jaringan lemak sub kutan masuk ke dalam dermis dan sampai pada epidermis. Apabila krim pemutih

mencapai lapisan pembuluh kulit maka akan mengabsorpsi dalam sistem sirkulasi umum (metabolisme) karena krim pemutih mengandung logam berat seng, walaupun logam berat seng adalah logam berat yang esensial, dimana dalam jumlah yang sedikit logam seng sangat dibutuhkan oleh tubuh, tetapi dalam jumlah yang besar logam seng akan menjadi racun bagi tubuh.

Distribusi yang dominan logam seng masuk ke dalam tubuh berasal dari penggunaan krim pemutih yang digunakan 2 - 3 kali sehari. Semakin banyak pemakaian krim pemutih pada kulit akan meninggalkan jumlah krim yang diabsorpsi dan semakin lama mengoleskan dengan digosok-gosok semakin banyak pula krim pemutih diabsorpsi. Absorpsi yang terjadi adalah absorpsi perkutan. Absorpsi perkutan adalah absorpsi bahan dari luar kulit ke posisi di bawah kulit tercakup masuk ke dalam aliran darah, (Ansel, 1989). Pada umumnya absorpsi perkutan dari bahan seperti krim.

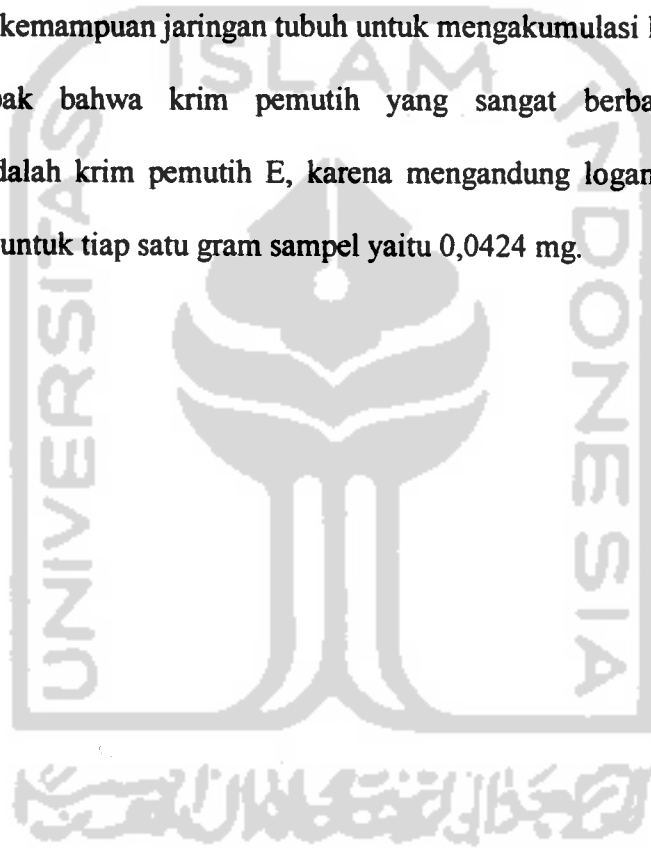
Absorpsi perkutan nampak lebih besar apabila krim pemutih dipakai pada kulit dengan lapisan tanduk yang tipis daripada yang tebal. Lapisan tanduk yang tipis yaitu pada kulit wajah dan yang tebal pada kulit tangan dan kaki. Semakin lama waktu pemakaian krim menempel pada kulit, semakin banyak kemungkinan absorpsi. Karena maksimal total seng dalam kulit 1 mg, sehingga jika melebihi kadar 1 mg maka akan menyebabkan iritasi atau infeksi pada kulit yang ditandai oleh bintik-bintik merah, rasa gatal dan perih pada kulit.

Kelebihan seng dalam tubuh akan menyebabkan leukimia jika penyebabnya penggunaan krim pemutih, seng akan masuk ke dalam sistem tubuh melalui pori-pori kulit diangkut sebagai kompleks seng-albumin ke dalam sistem aliran darah. Logam seng terlibat dalam ikatan albumin (sekitar 60 - 70 % dari total seng) yang akan menyebabkan gangguan pada kulit (Darmono , 1995). Bila seseorang menggunakan krim pemutih dalam satu bulan adalah 35 gram, maka dalam satu bulan tersebut seseorang pengguna krim pemutih di dalam lapisan kulit (lapisan epidermis) akan terdapat 0,7210 - 1,4840 mg seng.

Logam seng akan terakumulasi dan akan keluar melalui keringat dan urine sebesar 30% dari jumlah seng yang ada pada krim pemutih. Jadi dalam satu bulan di dalam lapisan kulit seseorang pengguna krim pemutih 35 gram akan terdapat 0,2163 - 0,4452 mg seng. Jika krim pemutih digunakan dalam waktu kurang lebih tiga bulan maka akan terdapat seng sebesar 0,6489 - 1,3356 mg di dalam lapisan kulit dan ini akan menyebabkan iritasi atau infeksi pada kulit. Kondisi ini merupakan efek dari logam berat seng dalam krim pemutih di luar tubuh. Setiap jaringan di dalam tubuh terdapat aliran darah merah yang membantu sistem metabolisme di dalam tubuh, efek di dalam terjadi bila ada penimbunan atau penumpukan logam berat seng di dalam lapisan kulit dalam jumlah yang besar yang dikhawatirkan akan mengganggu sistem metabolisme tubuh yaitu logam berat seng masuk ke dalam sistem metabolisme melalui aliran darah dan dalam konsentrasi yang besar akan menyebabkan keracunan pada sistem metabolisme tubuh

(total seng dalam tubuh 1,4 - 2,5 gram) yang juga terdapat pada jaringan tubuh lainnya (Linder , 1985). Darmono (1995), mengatakan toksisitas logam seng pada manusia menyebabkan beberapa akibat negatif antara lain timbulnya kerusakan jaringan, terutama jaringan detoksikasi dan ekskresi (hati dan ginjal). Daya toksisitas dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu kadar logam seng yang termakan atau terserap, lamanya penggunaan krim pemutih dan kemampuan jaringan tubuh untuk mengakumulasi logam seng.

Tampak bahwa krim pemutih yang sangat berbahaya untuk digunakan adalah krim pemutih E, karena mengandung logam berat seng yang banyak untuk tiap satu gram sampel yaitu 0,0424 mg.



BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN

6.1 Kesimpulan

Dari data penelitian dan perhitungan yang telah dilakukan pada penentuan kandungan seng di dalam krim pemutih dengan metode spektrofotometri serapan atom, dapat disimpulkan bahwa :

1. Krim pemutih A mengandung 0,0299 mg/gram sampel.
2. Krim pemutih B mengandung 0,0206 mg/gram sampel
3. Krim pemutih C mengandung 0,0420 mg/gram sampel
4. Krim pemutih D mengandung 0,0391 mg/gram sampel
5. Krim pemutih E mengandung 0,0424 mg/gram sampel

6.2 Saran

Saran yang dapat diberikan dari hasil penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Konsumen pengguna produk kosmetik khususnya krim pemutih dapat terus menggunakan produk krim pemutih tersebut, dengan tetap memperhatikan petunjuk penggunaan yang telah disarankan.
2. Mencoba menentukan kandungan seng dengan menggunakan destruktur yang lain.

DAFTAR PUSTAKA

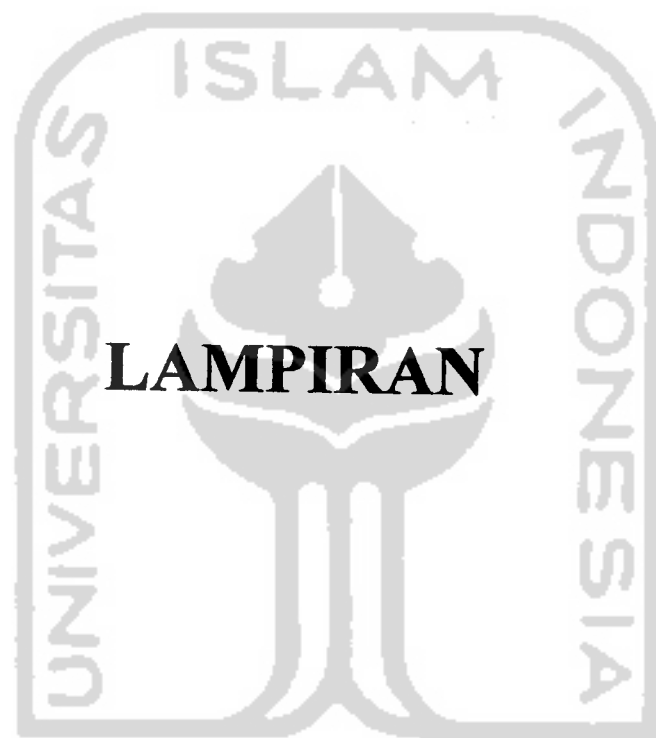
- Agustianti, U.S., 1998, *Studi Absorpsi Zink (II) pada Biomassa Chaeto Ceros Calcitraos dan Chlorella*, Skripsi FMIPA UGM, Yogyakarta.
- Ahmad, L.O., 2000, *Studi Analisis Fe dan Zn dalam Dogfish Liver Certified Reference Material dengan SSA*, Skripsi FMIPA UGM, Yogyakarta.
- Ahrens, L.H., and Taylor, S.R., 1961, *Spectrochemical Analysis*, Addison Wesley Publishing Company Inc, London.
- Anonim., 1985, *Standar Methods for The Examination of Water and Waste Water*, 6th ed, American Public Health Association, Washington.
- Ansel, H.C., 1989, *Pengantar Bentuk Sediaan Farmasi*, UI Press, Jakarta.
- Chang, T.L., Gover, T.A., and Hantison, W.M., 1966, *Determination of Magnesium and Zinc in Human Brain Tissue by AAS*, Anal. Chem. Acta, 104, 20-34.
- Christian, G.D., 1994, *Analytical Chemistry*, John Wiley and Sons Inc, New York.
- Connell, D.W., dan Miller, G.J., 1995, *Kimia dan Ekotoksikologi Pencemaran*, UI Press, Jakarta.
- Darmono., 1995, *Logam dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup*, UI Press, Jakarta.
- Harris., and Kratochvil., 1981, *An Introduction to Chemical Analysis*, Saunders College Publishing, Philadelphia.
- Harris, C. D., 1996, *Quantitative Chemical Analysis*, W. H. Freeman and Company, New York.
- Harry, G.K., 1963, *Cosmetic Compound*, Norda, New York, Vol. 92 (1).
- Hill, A.D., Patterson, K.Y., Veillon, C., and Morris, E.R., 1986, *Digestion of Biological Materials for Analysis Using a Combination of Wet and Dry Ashing*.
- Johnson, W.M., and Maxwell, J.A., 1981, *Rock and Mineral Analysis*, Second ed, A Wiley - Interscience Publication, New York, 92-94, 100-102.
- Kennedy, J.H., 1990, *Analytical Chemistry Principle*, Saunders College Publishing, New York.

- Khopkar, S.M., 1990, *Konsep Dasar Kimia Analitik*, UI Press, Jakarta.
- Linder, M.C., 1985, *Biokimia Nutrisi dan Metabolisme*, UI Pres, Jakarta.
- Magdalena, Mardiono, dan Ebers Papyrus., 1997, *Segi Medis dari Perawatan Kulit dan Kosmetika*, Vol. 3 (4).
- Michael, and Irene. A., 1977, *A Formulary of Cosmetic Preparations*, Chemical Publishing, New York.
- Narsito., 1992, *Dasar-dasar Spektrometri Serapan Atom*, Laboratorium Analisis Kimia dan Fisika UGM, Yogyakarta.
- Palar, H., 1994, *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*, Rhineka Cipta, Jakarta.
- Patrick, J., 2000, *Differential Pulse Polarographic Determination of Zinc and Manganese*, J. Anal. Sci, 103, 21-24.
- Pecsok, R.L., Shields, L.D., Cairns, T., and MC William, I.G., 1976, *Modern Methods of Chemical Analysis*, Second ed, John Wiley and Sons, New York.
- Praveen, K., Tamrakar and Krishna, S.P., 2000, *Voltammetric Trace Analysis of Uranium and Other Metals in Meta Rhyolite Rock Sample*, J. Anal. Sci, 103, 32-35.
- Robert, B.L., 1992, *Chemistry and Engineering Material*, 4th ed, MC. Graw Hill Book Company.
- Roland, T.I., 1991, *The Chemistry and Manufacture of Cosmetic*, Detroit, Michigan.
- Sandell, E.B., 1959, *Colorimetric Determination of Trace of Metals*, 3rd ed, interscience Publishers Inc, New York.
- Sawyer, D.T., Heineman, W.R., and Beebe, J.M., 1984, *Chemistry Experiment for Instrumental Methods*, John Wiley and Sons, New York.
- Skoog., West., and Holler., 1991, *Fundamental of Analytical Chemistry*, Saunder Golden Sun Burst Series.
- Slavin, M., 1978, *Atomic Absorption Spectroscopy*, 2nd ed, John Wiley and Sons, New York.
- Underwood Ray., Day, J.R., 1999, *Analisis Kimia Kuantitatif*, Erlangga, Jakarta.
- Vogel., 1990, *Analisis Anorganik Kualitatif*, PT Kalman Media Pustaka, Jakarta.

Willard, H.H., Merit, L., Dean, J.A., 1974, *Instrumental Methods of Analysis*, 5th ed, Van Nostrend, New York.

Yang, J.Y., Yang, M.H., and Lin, S.M., 1990, *Effect of Wet Decomposition Methods on The Determination of Cobalt, Copper, Selenium, and Zinc in Biological Samples Using Electrophoresis*, Anal. Chem,104, 13-16.





LAMPIRAN

وَمَا كُنَّا بِمُعْجِزِينَ لَكُمْ وَلَئِن كُنَّا إِلَّا لَمَعْلُومِينَ

Lampiran 1

- L.1. Optimasi Kondisi Standar Spektrofotometer Serapan Atom

Konsentrasi Larutan Standar (ppm)	Lebar Celah (nm)	Laju Alir Udara (L/menit)	Laju Alir Asetilen (L/menit)	Arus Lampu (mA)	Panjang Gelombang (nm)	Tinggi Burner (cm)	Absorbansi
Larutan Standar 1,00 ppm	0,7	2,0	1,0	12	213,9	25	0,215
	0,7	2,0	1,5	12	213,9	25	0,188
	0,7	2,0	2,0	12	213,9	25	0,182
	0,7	2,0	0,75	12	213,9	25	0,186
	0,7	1,5	1,0	12	213,9	25	0,193
	0,7	2,5	1,0	12	213,9	25	0,180
	0,7	2,0	1,0	9	213,9	25	0,199
	0,7	2,0	1,0	8	213,9	25	0,202
	0,7	2,0	1,0	6	213,9	25	0,208
	0,7	2,0	1,0	5	213,9	25	0,209
	0,7	2,0	1,0	15	213,9	25	0,170
	0,7	2,0	1,0	12	308	25	0,008

- Panjang gelombang 213,9 nm mempunyai energi $9,288 \cdot 10^{-19}$ Joule menggunakan persamaan :

$$E = h \cdot \frac{C}{\lambda}$$

$$= 6,623 \cdot 10^{-34} \text{ J/s} \frac{3 \cdot 10^8 \text{ m/s}}{213,9 \cdot 10^{-9} \text{ m}}$$

$$= 9,288 \cdot 10^{-19} \text{ Joule}$$

Lanjutan Lampiran 1

Panjang gelombang 308 nm mempunyai energi :

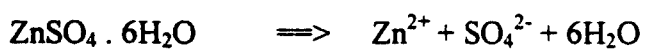
$$\begin{aligned} E &= h \cdot \frac{C}{\lambda} \\ &= 6,623 \cdot 10^{-34} \text{ J/s} \frac{3 \cdot 10^8 \text{ m/s}}{38 \cdot 10^{-9} \text{ m}} \\ &= 6,450 \cdot 10^{-19} \text{ Joule} \end{aligned}$$



Lampiran 2

- Pembuatan larutan standar 1000 ppm,

dik : BM $\text{ZnSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ = 269,44 Zn = 65,37 gr/mol



1 mol ~ 1 mol ~ 1 mol ~ 1 mol

1000 ppm

$$\frac{1000 \text{ mg}}{1\text{L}}$$

$$\text{m mol} = \frac{\text{mg}}{\text{BA}}$$

$$= \frac{1000 \text{ mg}}{65,37}$$

$$= 15,297 \text{ mmol}$$

$$\text{mg} = \text{mmol} \times \text{BM}$$

$$= 15,297 \times 269,44$$

$$= 412 \text{ mg}$$

= 4,122 gram. Ditimbang 4,122 gram, kemudian dilarutkan dengan 30 mL HCl dan diencerkan dengan aquades hingga

1000 mL.

Lampiran 3

- Larutan standar seng dibuat dengan konsentrasi 0,00; 0,25; 0,50; 1,00; 1,50 dan 2,00

Larutan 1000 ppm \rightarrow 10 ppm. dalam labu 50 mL

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 1000 \text{ ppm} = 50 \text{ mL} \cdot 10 \text{ ppm}$$

$$V_1 = \frac{500}{1000} = 0,5 \text{ mL}$$

0,5 mL diencerkan dengan aquadest hingga 50 mL

- Konsentrasi 0,00 ppm merupakan blanko yaitu larutan 3 mL HCl diencerkan dengan 100 mL aquades diambil 25 mL saja.
- Konsentrasi 0,25 ppm dalam labu 25 mL.

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 10 \text{ ppm} = 25 \text{ mL} \cdot 0,25 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 0,625 \text{ mL}$$

0,625 mL larutan standar diencerkan dengan aquades hingga 25 mL.

Lanjutan Lampiran 3

- Konsentrasi 0,50 ppm dalam labu 25 mL

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 10 \text{ ppm} = 25 \text{ mL} \cdot 0,50 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 1,25 \text{ mL}$$

1,25 mL larutan standar diencerkan dengan aquades hingga 25 mL.

- Konsentrasi 1,00 ppm dalam labu 25 mL

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 10 \text{ ppm} = 25 \text{ mL} \cdot 1,00 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 2,5 \text{ mL}$$

2,5 mL larutan standar diencerkan dengan aquades hingga 25 mL.

- Konsentrasi 1,50 ppm dalam labu 25 mL

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 10 \text{ ppm} = 25 \text{ mL} \cdot 1,50 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 3,75 \text{ mL}$$

3,75 mL larutan standar diencerkan dengan aquades hingga 25 mL.

- Konsentrasi 2,00 ppm dalam labu 25 mL

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 10 \text{ ppm} = 25 \text{ mL} \cdot 2,00 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 5,00 \text{ mL}$$

5,00 mL larutan standar diencerkan dengan aquades hingga 25 mL.

Lampiran 4

- L.2. Parameter Spektrofotometri Serapan Atom

Konsentrasi (ppm) (xi)	(xi) ²	Absorbansi (yi)	\hat{y}_i	$ y_i - \hat{y}_i $	$(y_i - \hat{y}_i)^2$
0,00	0,0000	0,000	$4,27700 \cdot 10^{-3}$	$4,27700 \cdot 10^{-3}$	$1,82930 \cdot 10^{-5}$
0,25	0,0625	0,055	$5,52270 \cdot 10^{-2}$	$2,27000 \cdot 10^{-1}$	$5,15290 \cdot 10^{-8}$
0,50	0,2500	0,106	$1,06177 \cdot 10^{-1}$	$1,70000 \cdot 10^{-1}$	$3,13290 \cdot 10^{-8}$
1,00	1,0000	0,215	$2,08077 \cdot 10^{-1}$	$6,92300 \cdot 10^{-3}$	$4,79280 \cdot 10^{-5}$
1,50	2,2500	0,315	$3,09977 \cdot 10^{-1}$	$5,02300 \cdot 10^{-3}$	$2,52310 \cdot 10^{-5}$
2,00	4,0000	0,405	$4,11877 \cdot 10^{-1}$	$6,87700 \cdot 10^{-3}$	$4,72930 \cdot 10^{-5}$
					$\sum (y_i - \hat{y}_i)^2$ $= 1,3883 \cdot 10^{-4}$

$$Y = bx + a$$

$$Y = 0,2038 x + 4,277 \cdot 10^{-3}$$

- Limit deteksi

$$Y = 3 S_d + a$$

dimana S_d : Simpangan baku/standar deviasi

n : Jumlah data analisis

$$S_d = \sqrt{\frac{\sum (y_i - \hat{y}_i)^2}{n - 2}}$$

$$= \sqrt{\frac{1,3883 \cdot 10^{-4}}{4}} = 5,8913 \cdot 10^{-3}$$

$$y = 3 (5,8913 \cdot 10^{-3}) + 4,277 \cdot 10^{-3}$$

$$= 0,02195 \text{ ppm}$$

Lampiran 5

- Ketelitian

Dari larutan 1,00 ppm diuji sebanyak lima kali yaitu :

1. 1,03 ppm
2. 0,97 ppm
3. 0,98 ppm
4. 0,99 ppm
5. 1,01 ppm

$$\sum x = 4,98 \text{ ppm}$$

$$\bar{x} = \frac{\sum x}{n} = \frac{4,98}{5} = 0,996 \text{ dimana : Sd = simpangan baku/standar deviasi}$$

n = jumlah analisis

\bar{x} = rata-rata konsentrasi analisis

μ = konsentrasi yang sebenarnya

$$t \text{ hitung} = \frac{|\bar{x} - \mu|}{\frac{Sd}{\sqrt{n}}} = \frac{|0,996 - 1 \text{ ppm}|}{\frac{5,8913 \cdot 10^{-3}}{\sqrt{5}}} = \frac{|-4 \cdot 10^{-3}|}{2,635 \cdot 10^{-3}} = 1,5180$$

dengan tingkat kepercayaan 95%, maka nilai t tabel (0,05; 4) = 2,132

jadi t hitung < t tabel ; 1,5180 < 2,132, maka spektrofotometer serapan atom tersebut dikatakan teliti.

Lanjutan Lampiran 5

- Ketepatan

$$E = \frac{|\bar{x} - \mu|}{\mu} \times 100\%$$

dimana :

E = persen kesalahan

μ = konsentrasi yang sebenarnya

\bar{x} = rata-rata konsentrasi analisis

$$= \frac{|0,996 - 1 \text{ ppm}|}{1 \text{ ppm}} \times 100\%$$

$$= 0,4\% = 0,004$$

tingkat kesalahannya 0,4 % atau 0,004

Jadi ketepatannya tinggi yaitu 0,996 atau 99,6 %

Lampiran 6

Berat awal sampel, yaitu :

$$A = 3,2620 \text{ gram}$$

$$B = 4,2942 \text{ gram}$$

$$C = 2,2466 \text{ gram}$$

$$D = 2,5004 \text{ gram}$$

$$E = 2,0075 \text{ gram}$$

Absorbansi rata-rata (Y), yaitu :

$$A = 0,4020$$

$$B = 0,3660$$

$$C = 0,3660$$

$$D = 0,4035$$

$$E = 0,3520$$

Untuk sampel A : $Y = 0,2038x + 4,277 \cdot 10^{-3}$

$$0,402 = 0,2038x + 4,277 \cdot 10^{-3}$$

$$x = 1,9515 \text{ ppm}$$

$$x = \frac{1,9515 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} \times 50 \text{ mL} = 0,09757 \text{ mg}$$

$$= \frac{0,09757 \text{ mg}}{3,2620 \text{ g}} = 0,0299 \text{ mg/g}$$

Lanjutan Lampiran 6

Untuk sampel B : $Y = 0,2038x + 4,277 \cdot 10^{-3}$

$$0,366 = 0,2038x + 4,277 \cdot 10^{-3}$$

$$x = 1,7748 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} x &= \frac{1,7748 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} \times 50 \text{ mL} = 0,08874 \text{ mg} \\ &= \frac{0,08874 \text{ mg}}{4,2942 \text{ g}} = 0,0206 \text{ mg/g} \end{aligned}$$

Untuk sampel C : $Y = 0,2038x + 4,277 \cdot 10^{-3}$

$$0,389 = 0,2038x + 4,277 \cdot 10^{-3}$$

$$x = 1,8877 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} x &= \frac{1,8877 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} \times 50 \text{ mL} = 0,0943 \text{ mg} \\ &= \frac{0,0943 \text{ mg}}{2,2466 \text{ g}} = 0,0420 \text{ mg/g} \end{aligned}$$

Untuk sampel D : $Y = 0,2038x + 4,277 \cdot 10^{-3}$

$$0,4035 = 0,2038x + 4,277 \cdot 10^{-3}$$

$$x = 1,9588 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} x &= \frac{1,9588 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} \times 50 \text{ mL} = 0,0979 \text{ mg} \\ &= \frac{0,0979 \text{ mg}}{2,5004 \text{ g}} = 0,0391 \text{ mg/g} \end{aligned}$$

Lanjutan Lampiran 6

Untuk sampel E : $Y = 0,2038x + 4,277 \cdot 10^{-3}$

$$0,352 = 0,2038x + 4,277 \cdot 10^{-3}$$

$$x = 1,7061 \text{ ppm}$$

$$x = \frac{1,7061 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} \times 50 \text{ mL} = 0,0853 \text{ mg}$$

$$= \frac{0,0853 \text{ mg}}{2,0075 \text{ g}} = 0,0424 \text{ mg/g}$$

