

ANALISIS KANDUNGAN LOGAM TIMBAL
DALAM KRIM PENGHITAM RAMBUT
YANG BEREDAR DI MAKASSAR



| | |
|-------------------------------------|----------|
| PERPUSTAKAAN FISAS UNIV. HASANUDDIN | |
| Tgl. Terbit | 29-04-02 |
| Angka | MIPA |
| Uraian | 1 (Satu) |
| Isi | - |
| Daftar | 020429 |
| Kelemb. | |
| Kelemb. | |

OLEH
ELSY
H51196034

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN
MAKASSAR
2001

SKRIPSI

OLEH
ELSY
H51196034

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN
MAKASSAR
2001

ANALISIS KANDUNGAN LOGAM TIMBAL
DALAM KRIM PENGHITAM RAMBUT
YANG BEREDAR DI MAKASSAR

OLEH
ELSY
H51196034

Skripsi untuk melengkapi tugas-tugas dan
Memenuhi syarat-syarat untuk
Mencapai gelar sarjana

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN
MAKASSAR
2001

ANALISIS KANDUNGAN LOGAM TIMBAL
DALAM KRIM PENGHITAM RAMBUT
YANG BEREDAR DI MAKASSAR

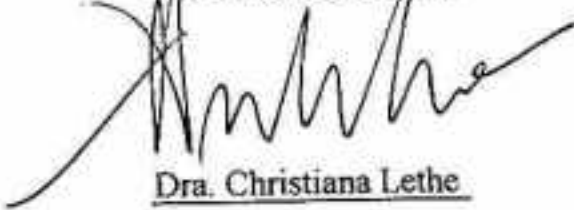
Disetujui oleh

Pembimbing Utama



Dra. Jeanny Wunas, MS

Pembimbing Pertama



Dra. Christiana Lethe

Pembimbing Kedua



Dra. Hj. Aisyah Fatmawaty

Pada Tanggal : 12 September 2001

UCAPAN TERIMA KASIH

Segala hormat dan pujian hanya bagi Allah yang memberikan hidup buat semua umatNya dan yang telah memberikan karunia buat Penulis hingga skripsi tugas akhir ini dapat diselesaikan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana pada Jurusan Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.

Penulis menyadari tidak sedikit hambatan dan rintangan yang dihadapi dalam menyusun dan menyelesaikan skripsi ini. Namun karena kasih-Nya serta upaya yang telah dilakukan, maka skripsi ini akhirnya dapat diselesaikan.

Penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada ibu Dra. Jeanny Wunas selaku Pembimbing Utama, ibu Dra. Christiana Lethe, selaku Pembimbing Pertama dan ibu Dra. Hj. Aisyah Fatmawaty selaku Pembimbing Kedua atas kesediannya untuk meluangkan waktu selama ini untuk memberi petunjuk, menyumbangkan pikiran dan tenaga dalam membimbing Penulis dalam melakukan penelitian hingga selesainya penyusunan skripsi ini.

Pada kesempatan ini juga tak lupa Penulis menyampaikan terima kasih kepada :

1. Bapak Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin,
2. Bapak ketua Jurusan Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.
3. Bapak/Ibu Kepala Laboratorium di Lingkungan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin,
4. Bapak/Ibu Dosen Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin, khususnya Jurusan Farmasi,

5. Seluruh staf dan karyawan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin,

6. Rekan-rekan mahasiswa Farmasi, khususnya angkatan 96 serta rekan lain yang tidak dapat kami sebutkan satu persatu,

atas segala bimbingan dan bantuan yang telah diberikan kepada Penulis selama menempuh pendidikan di Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.

Rasa hormat dan terima kasih yang sebesar-besarnya juga Penulis ucapkan kepada Ayahanda Marthen Belo Pakiding dan Ibunda Anace Sakona yang telah mengasuh, mendidik dengan penuh kasih sayang serta senantiasa mendukung Penulis secara moril dan materil sehingga Penulis dapat menyelesaikan pendidikan. Kepada adik tercinta Elisa Pakiding yang juga senantiasa berdoa dan mendukung penulis selama ini. Tak lupa pula Penulis ucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada saudara terkasih Jackie Pelupessy, Semy Salaka, Yenni TS, Ami Manembu dan seluruh rekan-rekan di pelayanan Perkantas Sul-Sel yang juga sangat banyak memberikan dukungan dan bantuan kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.

Akhirnya Penulis ucapkan mohon maaf sebesar-besarnya jika terdapat kesalahan dalam skripsi ini, sebab kesempurnaan hanya ada pada Dia yang empunya Kerajaan Sorga.

Makassar, 2001

Penulis

ABSTRAK

Telah dilakukan analisis kandungan logam timbal dalam krim penghitam rambut dengan berbagai merek yang beredar di beberapa pasar swalayan di Makassar dengan metode spektrofotometri serapan atom

Hasil analisis dengan spektrofotometer serapan atom menunjukkan kadar rata-rata logam timbal dalam krim penghitam rambut adalah antara 0,13 – 0,62%, sedangkan analisis dengan reaksi identifikasi memperlihatkan hasil positif untuk semua merek yang diuji hasil yang diperoleh.

Analisis statistik dengan metode rancangan acak lengkap (RAL) menunjukkan adanya perbedaan yang sangat nyata antara tiap merek yang diuji, baik pada α 0,05 maupun α 0,01. Kadar terendah terdapat pada merek A sedangkan kadar tertinggi terdapat pada merek E. dari ke lima merek yang telah diuji, konsentrasi logam timbal yang terdapat di dalam merek A, B, C, dan D berada di bawah standar maksimum yang ditetapkan oleh FDA sedangkan merek E berada di atas standar, dengan penyimpangan 3,3%.

Dengan demikian merek A, B, C dan D memenuhi syarat, sedangkan merek E tidak.

ABSTRACT

The analysis of metallic lead content in hair darkening cream have been conducted using Atomic Absorption Spectrophotometry method.

The result of the analysis showed that the average levels of metallic lead in the hair darkening cream were 0,13 – 0,62%. And the qualitative analysis using identification reaction showed positive result for all the sample that being analyzed.

Statistical analysis with complete randomized design method showed a very significant differences between all the brands, both on α 0,05 and α 0,01. The lowest level is in the A brand and the highest level is in the E brand. From the five brands that being analyzed, lead concentration in the A, B, C, and D brand is below the maximum standard that could be used as hair darkening cream according to FDA, but the E brand is above the standard, with 3,3% deviation.

In that case, the A, B, C, and D brands were able to fulfill the condition, but the E brand was not.

DAFTAR ISI

| | Halaman |
|--|---------|
| LEMBAR PENGESAHAN..... | iii |
| UCAPAN TERIMA KASIH..... | iv |
| ABSTRAK..... | vi |
| ABSTRACT..... | vii |
| DAFTAR ISI..... | viii |
| DAFTAR GAMBAR..... | x |
| DAFTAR TABEL..... | xi |
| DAFTAR LAMPIRAN..... | xii |
| BAB I PENDAHULUAN..... | 1 |
| BAB II POLA PENELITIAN..... | 3 |
| BAB III TINJAUAN PUSTAKA..... | 5 |
| III.1 Kosmetika..... | 5 |
| III.2 Krim..... | 5 |
| III.3 Pewarna Rambut..... | 6 |
| III.3.1 Jenis Pewarna Rambut..... | 6 |
| III.3.2 Cara Kerja Pewarna Rambut..... | 7 |
| III.4 Rambut..... | 8 |
| III.5 Logam Berat..... | 10 |
| III.5.1 Logam Timbal..... | 10 |

| | |
|--|----|
| III.6 Spektrofotometer Serapan Atom..... | 12 |
| III.6.1 Prinsip Dasar..... | 12 |
| III.6.2 Parameter Alat | |
| Spektrofotometer Serapan Atom..... | 14 |
| III.6.3 Keunggulan dan Kelemahan | |
| Spektrofotometer Serapan Atom..... | 18 |
| BAB IV PELAKSANAAN PENELITIAN..... | 20 |
| IV.1 Penyiapan Alat dan Bahan..... | 20 |
| IV.1.1 Alat | 20 |
| IV.1.2 Bahan..... | 20 |
| IV.2 Penyiapan Contoh..... | 21 |
| IV.2.1 Pengambilan Contoh..... | 21 |
| IV.3 Metode Analisis..... | |
| IV.3.1 Analisis Kualitatif..... | 21 |
| IV.3.2 Analisis dengan Spektrofotometer | |
| Serapan Atom..... | 21 |
| IV.4 Analisis Data..... | 24 |
| BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN..... | 26 |
| BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN..... | 29 |
| DAFTAR PUSTAKA..... | 30 |

DAFTAR GAMBAR

| Gambar | Halaman |
|--|---------|
| 1. Struktur Rambut Manusia | 9 |
| 2. Skema Rangkaian Alat Spektrofotometer Serapan Atom..... | 15 |
| 3. Skema Lampu Katoda | 16 |
| 4. Kurva Baku Larutan Baku Timbal | 40 |

DAFTAR TABEL

| Tabel | Halaman |
|---|---------|
| I. Hasil Analisis kualitatif logam timbal dalam krim penghitam rambut menggunakan pereaksi H_2SO_4 1N dan HCl 2N..... | 32 |
| II. Hasil Analisis kualitatif logam timbal Dalam krim penghitam rambut Menggunakan pereaksi H_2SO_4 1N dan HNO_3 10%..... | 33 |
| III. Hasil Analisis kualitatif logam timbal Dalam krim penghitam rambut Menggunakan pereaksi H_2SO_4 1N dan NaOH 1N berlebih... | 34 |
| IV. Hasil Analisis kualitatif logam timbal Dalam krim penghitam rambut Menggunakan pereaksi NaOH 1N..... | 35 |
| V. Hasil Analisis kualitatif logam timbal Dalam krim penghitam rambut Menggunakan pereaksi K_2CrO_4 dan NaOH 1N..... | 36 |
| VI. Hasil Analisis kualitatif logam timbal Dalam krim penghitam rambut Menggunakan pereaksi Na_2S | 37 |
| VII. Hasil pengukuran serapan larutan baku timbal Pada panjang gelombang tertentu Secara Spektrofotometri serapan atom..... | 38 |
| VIII. Hasil Analisis logam timbal dalam krim penghitam rambut secara Spektrofotometri Serapan Atom..... | 39 |

DAFTAR LAMPIRAN

| Lampiran | Halaman |
|--|---------|
| A. Perhitungan kadar logam timbal dalam krim penghitam rambut..... | 41 |
| B. Perhitunmgan regresi linier dari larutan baku timbal..... | 42 |
| C. Perhitungan analisis statistik dengan metode rancangan acak lengkap..... | 43 |
| D. Skema Kerja..... | 46 |

BAB I PENDAHULUAN

Dewasa ini pemakaian penghitam rambut oleh beberapa orang Asia atau Indonesia pada khususnya semakin bertambah, akibat ketidakpuasan mereka terhadap perubahan warna alami yang terjadi pada rambut mereka. Hal ini paling banyak terjadi pada orang-orang yang telah lanjut usianya atau orang yang masih muda tetapi mempunyai kelainan pada pigmen rambutnya, sehingga warna rambut mereka berubah menjadi lebih terang atau putih.

Pewarna rambut yang beredar di masyarakat terdapat dalam beberapa bentuk antara lain larutan, shampo dan krim pewarna. Bentuk yang paling banyak digunakan oleh masyarakat adalah bentuk krim, sebab bentuk ini penggunaannya lebih praktis dan memberikan hasil yang memuaskan dalam pembentukan warna pada rambut. Selain itu bentuk ini paling yang banyak beredar di pasaran (1).

Pewarna rambut dalam bentuk krim biasanya terbuat dari asam oleat, surfaktan nonionik, air dan bahan-bahan dasar lainnya. Sebagai bahan untuk menghasilkan warna biasanya ditambahkan turunan dari p-fenilendiamin atau bahan-bahan organik lainnya (2,3).

Selain bahan organik yang telah disebutkan sebelumnya, dalam krim pewarna rambut sering pula ditambahkan bahan anorganik seperti logam. Perlakuan ini disebut sebagai pewarnaan dengan garam-garam logam. Logam yang sering digunakan untuk menghasilkan warna hitam pada rambut adalah logam timbal, umumnya dalam bentuk timbal asetat. Dapat pula ditambahkan bahan lain seperti sulfur, gliserin dan bahan

tambahan lain. Warna hitam yang dihasilkan oleh penghitam rambut jenis ini tidak langsung terlihat pada rambut setelah pemakaian, tetapi baru akan terbentuk warna hitam setelah pemakaian yang berulang ulang dan teratur (1,3,4).

Sebagaimana diketahui bahwa logam timbal adalah logam toksik yang berbahaya karena dapat menimbulkan penyumbatan pada sel-sel darah merah dan mempengaruhi anggota tubuh lain. Timbal juga dapat mempengaruhi sistem neurologi dimana akan timbul neuropati perifer, sehingga pemakaiannya perlu diawasi agar tidak membahayakan kesehatan masyarakat khususnya konsumen (5,6).

Maksud dari penelitian ini adalah melakukan penelitian terhadap kandungan timbal dalam krim penghitam rambut yang beredar di Makassar, dengan cara menentukan konsentrasi logam timbal tersebut dalam tiap contoh menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom. Dengan tujuan untuk mengetahui apakah konsentrasi tersebut memenuhi persyaratan yang ditetapkan. FDA menetapkan kandungan timbal untuk krim penghitam rambut tidak lebih dari 0,6%.

BAB II

POLA PENELITIAN

II.1 Penyiapan Alat dan Bahan

II.1.1 Penyiapan Alat

Alat-alat disiapkan sesuai kebutuhan penelitian.

II.1.2 Penyiapan Bahan

Bahan-bahan disiapkan sesuai kebutuhan penelitian.

II.2 Penyiapan Contoh

II.2.1 Pengambilan Contoh

Contoh berupa krim penghitam-rambut-dengan-berbagai-merek-yang beredar di berbagai pasar swalayan di Makassar.

II.3 Metode Analisis

II.3.1 Analisis Kualitatif

Contoh dianalisis secara kualitatif untuk mengidentifikasi ada tidaknya logam timbal dalam tiap contoh menggunakan pereaksi yang spesifik untuk logam timbal.

II.3.2 Analisis kuantitatif menggunakan Spektrofotometer serapan atom

II.3.2.1 Penyiapan Larutan Contoh

Larutan contoh dibuat dengan mengabukan contoh hingga abu berwarna putih lalu dilarutkan dalam pelarut yang sesuai.

II.3.2.2 Penetapan kadar logam timbal dalam krim penghitam rambut dengan Spektrofotometer Serapan Atom

II.3.2.2.1 Pembuatan Larutan Baku

Larutan baku dibuat dengan melarutkan sejumlah timbal(II)nitrat dalam pelarut yang sesuai lalu dicerkan hingga tingkat pengenceran tertentu.

II.3.2.2.2 Pengukuran dengan Spektrofotometer Serapan Atom

Contoh diukur menggunakan spektrofotometer serapan atom menggunakan lampu katoda yang sesuai untuk logam timbal pada panjang gelombang tertentu.

II.4 Analisis Data

Data yang diperoleh dari hasil pengukuran dianalisis secara statistik dengan metode rancangan acak lengkap.

II.5 Pembahasan Hasil

Pembahasan dilakukan dengan melihat hasil pengukuran contoh dan membandingkannya dengan ketentuan untuk kandungan logam timbal yang ditetapkan oleh FDA.

II.6 Pengambilan Kesimpulan

Kesimpulan berupa kadar logam timbal dalam tiap contoh dan kesesuaiannya dengan persyaratan yang ditetapkan FDA.

BAB III

TINJAUAN PUSTAKA

III.1 Kosmetika (7,8)

Kosmetika adalah sediaan atau paduan bahan yang siap digunakan pada bagian luar badan untuk membersihkan, menambah daya tarik, mengubah penampilan, melindungi supaya tetap dalam keadaan baik, dan memperbaiki bau badan tetapi tidak untuk mengobati atau menyembuhkan sesuatu penyakit.

Kosmetika dalam prakteknya mempunyai arti yang luas yaitu ilmu dan seni untuk memperbaiki penampilan dengan jalan memelihara dan merawat kulit, rambut serta kuku.

III.2 Krim (9,20)

Krim adalah bentuk sediaan setengah padat yang mengandung satu atau lebih bahan obat terlarut atau terdispersi dalam bahan dasar yang sesuai. Istilah ini secara tradisional telah digunakan untuk sediaan setengah padat yang memiliki konsistensi relatif cair dan diformulasikan sebagai emulsi air dalam minyak atau minyak dalam air. Sekarang batasan tersebut lebih diarahkan untuk produk yang terdiri atas emulsi minyak dalam air atau dispersi mikrokristal asam-asam lemak atau alkohol berantai panjang dalam air, yang dapat dicuci dengan air dan lebih ditujukan untuk digunakan sebagai kosmetika dan untuk estetika.

Zat pengemulsi yang dipakai harus disesuaikan dengan jenis dan sifat krim yang dikehendaki. Sebagai zat pengemulsi dapat digunakan emulgid, setaseum, setilalkohol, trietanolamin stearat, golongan sorbitan, dan polisorbat.

III.3 Pewarna Rambut (1,2,3,4)

Pewarna rambut adalah bahan yang digunakan untuk mengubah warna rambut yang normal. Pewarna rambut tidak sepenuhnya mengubah warna asli rambut tetapi bekerja dengan cara lebih mengintensifkan atau memperjelas warna rambut tersebut.

Dalam beberapa tahun ini telah diadakan penelitian untuk pengembangan pewarna. Hal ini dimaksudkan untuk meningkatkan kualitas produk pewarna rambut yang akan diproduksi.

III.3.1 Jenis Pewarna Rambut

Produk pewarna rambut dapat dibagi menjadi tiga kategori, yaitu (1) permanen, (2) semi permanen dan (3) pewarna rambut sementara. Pewarna rambut permanen merupakan produk pewarna rambut yang paling terkenal. Jenis ini dapat dibagi menjadi pewarna rambut dengan proses oksidasi dan pewarna rambut yang bertahap.

Pewarna rambut dengan proses oksidasi terdiri atas :

1. Larutan pewarna seperti p-fenilendiamina yang memberikan warna rambut dengan jalan reaksi kimia, dan
2. Larutan hidrogen peroksida, biasanya 6%, dalam air atau dalam bentuk krim.

Pewarna rambut yang sifatnya bertahap sering pula disebut sebagai pewarna rambut semi permanen, jenis ini mengandung timbal asetat sebagai bahan aktif, dan ditambahkan sulfur serta gliserin sebagai bahan

tambahan. Timbal astatat terbukti sebagai bahan pewarna untuk mewarnai rambut pada konsentrasi yang tidak lebih dari 0,6% b/v, terhitung sebagai logam timbal. Pewarna rambut yang bertahap, mengubah warna rambut secara berangsur-angsur dari warna agak gelap hingga benar-benar gelap.

III.3.2 Cara Kerja Pewarna Rambut (10,11)

Ada tiga cara kerja pewarna rambut pada rambut tergantung pada kategori dari pewarna rambut tersebut. Berikut cara kerja pewarna rambut tersebut :

- a. **Pewarna Semi-Permanen.** Produk ini memberikan warna pada rambut tanpa mengubah warna alami rambut secara drastis. Molekul pewarna masuk ke dalam rambut melalui kutikula rambut atau bagian terluar dari rambut kemudian masuk ke dalam korteks rambut. Pewarna ini tidak bereaksi dengan pigmen alami rambut. Produk ini tidak dapat bertahan lama pada rambut karena hanya mengandung sedikit molekul pewarna pada setiap kali pemakaian; karena itu pemakaiannya harus dilakukan secara berulang-ulang.
- b. **Pewarna Hampir Permanen.** Produk ini dapat bertahan lebih lama dari pada produk semi permanen. Produk ini terdiri atas dua bagian yaitu pewarna awal dan pengembang yang biasa digunakan adalah peroksida 30%. Molekul pewarna awal masuk ke dalam kutikula kemudian masuk lagi ke dalam korteks rambut dan menghasilkan molekul warna yang sifatnya sedang, selanjutnya peroksida berfungsi

untuk membuat warna tersebut menjadi lebih jelas, hal ini mengakibatkan warna yang dihasilkan dapat bertahan lebih lama.

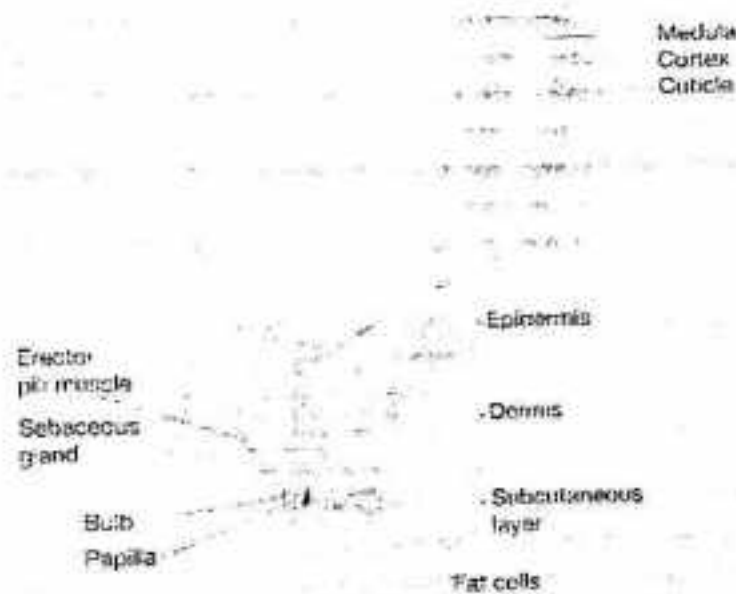
- c. **Pewarna Permanen.** Produk ini menggunakan peroksida dan amonia. Sejumlah kecil molekul pewarna akan masuk ke dalam korteks rambut dan kemudian bereaksi dan membentuk warna yang tidak dapat hilang setelah beberapa kali pencucian. Produk ini akan membuat warna rambut menjadi lebih gelap sesuai dengan pilihan kita.

Ketiga jenis pewarna rambut tersebut berisiko dapat mengakibatkan kanker pada kulit kepala, sehingga dalam menggunakan produk ini kita harus berhati-hati.

III.4 Rambut (10)

Rambut mamalia terdiri atas batang yang terletak di atas kulit, dan akar yang tenggelam di dalam folikel atau di bawah permukaan kulit. Rambut adalah jaringan mati yang terdiri atas keratin dan protein-protein yang serupa. Rambut manusia terbentuk dari bagian-bagian sel pada bagian bawah folikel. Batang rambut manusia terdiri atas tiga bagian yaitu, medula, korteks dan kultikula.

Di bawah ini adalah gambar dari struktur rambut manusia:



Gambar 1: Struktur Rambut Manusia

Rambut pada kulit kepala manusia berbeda dengan rambut yang terletak pada bagian tubuh lain. Rambut kepala yang sehat dapat tumbuh hingga 5 inci setiap bulan dengan jumlah helaian rambut yang normal kurang lebih 100.000 hingga 150.000 helai.

Pigmen yang terdapat pada rambut disebut melanin, terdapat dua jenis melanin, yaitu eumelanin yang memberikan warna coklat hingga hitam pada rambut, dan pheomelanin yang memberikan warna kekuningan hingga merah pada rambut.

III.5 Logam Berat (12,13)

Logam terdiri atas dua jenis yaitu logam berat dan ringan. Yang termasuk ke dalam golongan logam berat adalah logam yang berat jenisnya lebih dari 5 g/cm^3 , sedangkan logam yang bobot jenisnya kurang dari 5 g/cm^3 digolongkan sebagai logam ringan.

Logam-logam berat mempunyai sifat membentuk garam dengan asam yang pada sistem periodik logam tersebut mempunyai nomor atom 22 sampai 92 dan terletak pada perioda 3 – 7. Logam-logam tersebut antara lain Sn, Pb, Cu, Hg dan sebagainya.

Logam-logam tersebut dalam tubuh dapat bereaksi dengan ligan seperti OH , COO , C=O , -S-S , -NH_2 dan =NH , -SH . Logam berat umumnya menunjukkan afinitas yang kuat dengan gugus SH. Hal ini dianggap sebagai dasar mekanisme untuk sebagian besar efek logam berat terhadap tubuh.

Logam berat dalam tubuh tidak mengalami biotransformasi sehingga tetap berada dalam tubuh dan menyebabkan efek toksis seperti kelainan neurologis, kerusakan ginjal, dan gangguan penglihatan.

III.5.1 Logam Timbal (5,6,14)

Timbal (Pb) adalah logam yang berwarna abu-abu kebiruan, dengan kerapatan yang tinggi yaitu $11,48 \text{ g/cm}^3$ pada suhu kamar. Logam ini mudah larut dalam asam nitrat yang akan membentuk nitrogen oksida.

Timbal adalah logam beracun yang ada di mana-mana, dapat ditemukan pada hampir semua lingkungan dalam sistem biologis. Karena

logam ini toksis untuk semua makhluk hidup maka logam ini harus diawasi penggunaannya.

A. Sumber Logam timbal

Logam timbal dapat berasal dari lingkungan yang tercemar oleh timbal secara berlebihan. Misalnya dari polusi industrial dan kendaraan bermotor, atau dapat juga berasal dari cat, limbah tukang emas/perhiasan, industri rumah, baterai dan percetakan dan lain-lain.

B. Absorpsi Timbal

Absorpsi Pb terutama melalui saluran cerna dan saluran napas. Absorpsi melalui usus orang dewasa kira-kira 10%, pada anak-anak kira-kira 40%. Absorpsi timbal yang dihirup berbeda-beda tergantung dari bentuk (uap atau partikel) dan kadar timbal. Kira-kira 90% partikel timbal di udara diabsorpsi melalui saluran napas. Timbal organik mula-mula terdistribusi di jaringan lemak, terutama dalam ginjal dan hati, kemudian mengalami redistribusi ke dalam tulang, gigi dan rambut. Sejumlah kecil timbal organik tertimbun di otak. Hampir semua timbal anorganik terikat dengan eritrosit dalam sirkulasi. Bila kadar timbal relatif tinggi dalam sirkulasi, barulah ditemukan timbal dalam plasma.

C. Aspek kesehatan timbal

Timbal adalah logam toksik yang berbahaya karena dapat menimbulkan penghambatan pembentukan sel-sel darah merah dan mempengaruhi anggota tubuh lain.

Gejala keracunan timbal adalah nafsu makan berkurang, lelah sakit kepala dan kurang darah. Keracunan ini sangat berbahaya utamanya bagi anak-anak karena dapat menyebabkan keracunan otak. Logam ini juga dapat menimbulkan anemia, hal ini disebabkan karena timbal bereaksi dengan suatu enzim yang berhubungan dengan sintesis butir darah merah. Timbal bersenyawa dengan enzim (aktif), menjadi tidak aktif. Akibatnya sintesis sel darah merah (Hb) dapat terhambat sehingga timbul penyakit anemia.

III.6 Spektrofotometer Serapan Atom

III.6.1 Prinsip Dasar (15,16,17,18)

Spektrofotometer serapan atom adalah suatu alat untuk menentukan beberapa logam dalam jumlah yang sangat kecil. Alat ini didasarkan pada absorpsi serapan atomik pada panjang gelombang tertentu dari suatu atom yang telah mengalami eksitasi.

Spektrofotometer serapan atom mengukur konsentrasi logam dalam larutan dengan jalan menyemprotkan larutan ke dalam lapisan api yang panas. Cahaya dari lampu katode yang mengandung logam yang akan dianalisa melewati api tersebut dan masuk ke alam monokromator. Monokromator mengisolasi radiasi keadaan dasar dari lampu katoda. Larutan yang disemprotkan ke dalam api akan membentuk atom-atom karena adanya panas. Jika atom-atom yang terbentuk adalah atom yang sama dengan elemen yang ada di dalam lampu, maka cahaya tersebut akan

terabsorpsi. Tingkat absorpsi tergantung pada jumlah yang terdapat dalam larutan. Hasil yang diperoleh dibandingkan dengan larutan standar yang telah diketahui konsentrasinya.

Alat yang didasarkan pada absorpsi atomik lebih banyak digunakan pada saat ini sebab mempunyai beberapa keuntungan dibandingkan dengan emisi nyala, yaitu karena

1. Absorpsi bergantung pada populasi keadaan dasar, maka kepekaannya lebih tinggi, lebih-lebih untuk unsur-unsur yang sukar bereksitasi (zink, misalnya, dapat ditentukan sampai kurang dari 0,5 bpj, sedang batas terendah pada emisi mungkin sama dengan lebih kurang 500 bpj).
2. Populasi keadaan dasar jauh kurang peka terhadap suhu nyala daripada populasi bereksitasi.
3. Interferensi dari garis-garis spektrum dari unsur-unsur lain dan emisi lain dan emisi latar belakang nyala diperkecil dengan teknik pemukul-sinar cahaya.

Dalam analisis spektrofotometri serapan atom, contoh yang dianalisis harus diuraikan menjadi atom-atom netral yang berada pada keadaan dasarnya. Untuk membebaskan atom-atom dari persenyawaannya dibutuhkan sejumlah energi yang umumnya diperoleh dari nyala hasil reaksi pembakaran seperti antara gas asetilen-udara dengan suhu nyala 2300°C , antara gas asetilen-nitrogen oksida dengan suhu nyala 3000°C .

Pada umumnya pemilihan kombinasi gas pengoksidasi-gas bahan bakar tergantung pada suhu yang diperlukan untuk mendisosiasi senyawa dan sifat kimia unsur yang akan dianalisis. Bila suatu senyawa tertentu dimasukkan ke dalam nyala, maka akan terjadi proses desolvasi (penguapan pelarut), dan akan tinggal butiran-butiran halus contoh.

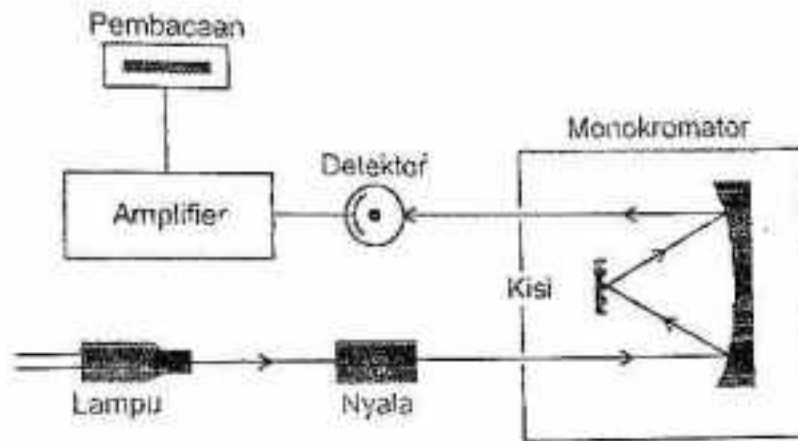
Pada suhu kamar, praktis semua atom suatu contoh berada dalam keadaan dasar.

Elektron dalam keadaan dasar ini dapat tereksitasi ke tingkat energi elektron yang lebih tinggi oleh kalor nyala api. Keadaan tereksitasi ini terjadi amat singkat, dan akan kembali ke keadaan dasar. Pada waktu kembali inilah akan dipancarkan oleh atom tersebut, suatu kuantum energi sinar yang sesuai dengan nilai panjang gelombang. Penyerapan sinar oleh atom sebanding dengan konsentrasi atom dalam nyala. Dengan mengukur penyerapan cahaya oleh atom-atom dalam nyala, maka konsentrasi unsur logam dalam contoh dapat ditentukan.

III.6.2 Parameter Alat Spektrofotometer Serapan Atom (16,18,19)

Spektrofotometer serapan atom mempunyai komponen dasar yaitu sumber cahaya, nyala pengatoman, monokromator, detektor, amplifier dan sistem pembacaan.

Komponen-komponen terpenting alat SSA dapat ditunjukkan dalam gambar (1) berikut ini :



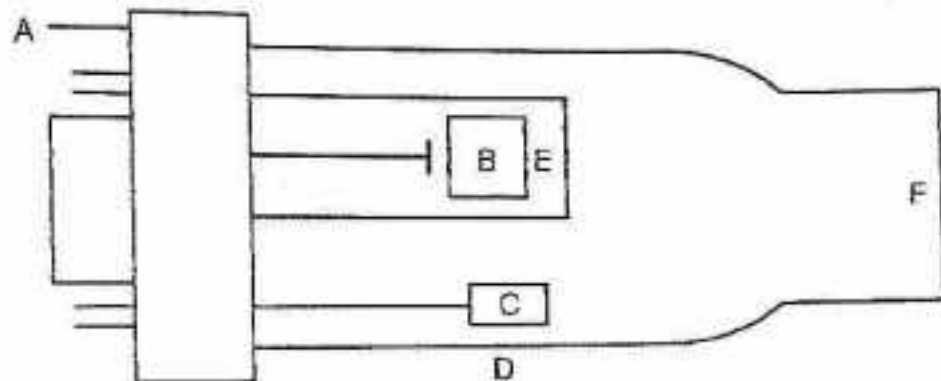
Gambar 2. Skema rangkaian alat Spektrofotometer Serapan Atom

III.6.2.1 Sumber Cahaya

Sumber cahaya yang digunakan untuk alat spektrofotometer serapan atom adalah lampu katoda berongga. Lampu katoda berongga ini digunakan sebagai sumber garis atomik sebab alat ini menghasilkan spektrum atom yang intensif, murni dan dengan garis yang sangat sempit. Lampu ini adalah lampu neon yang tidak bermuatan dengan katode yang mengandung logam tertentu yang dibutuhkan. Garis spektrum atom yang kuat dihasilkan pada daerah ini melalui suatu proses dimana atom logam dilemparkan ke permukaan katode oleh atom neon yang tereksitasi.

Sumber cahaya ini harus memancarkan spektrum garis resonansi yang tajam dari unsur yang diperiksa.

Di bawah ini digambarkan susunan dari suatu lampu katoda berongga



Gambar 3. Bagian lampu katoda

Keterangan :

A : Penyumbat dasar

B : Katoda

C : Anoda

D : Tabung gelas tertutup

E : Perisai kaca

F : Jendela silika

III.6.2.2 Sumber Uap Atom

Bagian yang paling kritis dari spektrofotometer serapan atom adalah sumber uap atomnya. Cara terpenting untuk memperoleh atom-atom netral suatu unsur adalah menggunakan nyala. Proses atomisasi dalam nyala dapat melalui beberapa tahap yaitu pengabutan (nebulizer), penguapan pelarut

(desolvasi), penguapan zat-zat (volatilisasi) dan atomisasi. Gas yang paling umum digunakan sebagai sumber nyala api adalah udara – asetilen dan nitrogen oksida – asetilen.

III.6.2.3 Monokromator

Monokromator yang biasa digunakan dalam spektrofotometer serapan atom terdiri dari kisi difraksi dan prisma. Fungsi utama monokromator untuk mendispersikan atau memisahkan garis resonansi dari garis spektra yang berdekatan yang berasal dari sumber cahaya. Ukuran kesanggupan monokromator memisahkan garis-garis spektra ini disebut resolusi.

Monokromator tidak membutuhkan pemecahan yang cukup tinggi seperti pada lampu katoda, namun bagian ini harus dapat menolak cahaya yang tidak sesuai dengan yang seharusnya terbaca pada emisi pembakaran.

III.6.2.4 Detektor

Detektor berfungsi mengubah isyarat cahaya yang telah diisolasi oleh monokromator menjadi isyarat atau sinyal listrik, dimana sinyal inilah yang akan terbaca dan dikirimkan ke komputer yang digunakan sebagai alat pembacaan

III.6.3 Keunggulan dan Kelemahan Spektrofotometer Serapan Atom (18)

III.6.3.1 Keunggulan Spektrofotometer Serapan Atom

a. Sensitivitas (kepekaan)

Cara ini sangat peka, banyak unsur dapat ditentukan pada kadar di bawah 1 bpj, bahkan beberapa unsur dengan teknik tertentu dapat ditentukan dalam bpm.

b. Selektivitasnya tinggi

Cara ini cukup tinggi selektivitasnya, sehingga dapat menentukan beberapa unsur sekaligus dalam suatu larutan tanpa perlu adanya suatu pemisahan.

c. Ketelitian dan ketepatan

Ketelitian spektrofotometer serapan atom relatif baik karena gangguan-gangguan dalam pengukuran ternyata kurang dibanding dengan alat lain. Ketepatan alat ini cukup baik, karena sederhananya isyarat dan telitinya hasil pengukuran yang menjadi dasar pembuatan kurva kalibrasi

III.6.3.2 Kelemahan Spektrofotometer Serapan Atom

- a. Beberapa atom unsur tidak mudah menghasilkan uap atom dalam keadaan dasar ketika mencapai nyala, seperti tidak terdisosiasinya senyawa stabil sehingga menghalangi deteksi dan penetapan misalnya Al, Si, Mo dan Ti.

- b. Oleh karena beberapa nyala lebih tepat untuk beberapa unsur tertentu, maka bertambahnya contoh yang akan ditentukan memerlukan tidak hanya satu penukaran sumber sinar dan pengaturan, tetapi juga penukaran terhadap nyala, pembakar dan sumber gas.

BAB IV

PELAKSANAAN PENELITIAN

IV.1 Penyiapan Alat dan Bahan

IV.1.1 Alat-alat yang Digunakan

1. Cawan porselin
2. Corong
3. Erlenmeyer 100 ml
4. Gelas piala 100 ml
5. Gelas ukur 10 ml
6. Labu ukur 10,0 ml 50,0 ml, 100,0 ml, 1000,0 ml
7. Lampu katoda berongga Pb
8. Pipet volume 1,0, 5,0, 10,0, 15,0, 20,0, 25,0 ml
9. Spektrofotometer serapan atom (Zhimadsu AA 6200)
10. Tanur (Sybron)
11. Timbangan analitik (Sartorius)
12. Timbangan (Ohaus)

IV.1.2 Bahan-bahan yang digunakan

1. Asam klorida p.a (E. Merck)
2. Asam nitrat p.a (E. Merck)
3. Asam sulfat p.a (E. Merck)
4. Kalium kromat (E. Merck)
5. Natrium hidroksida (E. Merck)

6. Timbal (II) nitrat

(E. Merck)

IV.2 Penyiapan Contoh

IV.2.1 Pengambilan Contoh

Contoh berupa krim penghitam rambut diambil sebanyak 5 (lima) merek yang berbeda, yang beredar di beberapa pasar swalayan di Makassar.

IV.3 Metode Analisis

IV.3.1 Analisis Kualitatif (9,14)

- a. Larutan contoh dalam air ditambahkan asam sulfat 1 N, terbentuk endapan putih yang tidak larut dalam HCl 2 N dan HNO₃ 10% dan larut dalam NaOH 1N berlebih.
- b. Larutan contoh dalam air ditambahkan kalium kromat 10%, terbentuk endapan kuning yang larut dalam NaOH 1N.
- c. Larutan contoh dalam air ditambahkan NaOH 1N, terbentuk endapan putih yang larut jika ditambahkan berlebih.
- d. Larutan contoh dalam air ditambahkan natrium sulfida, terbentuk endapan hitam.

IV.3.2 Analisis kuantitatif dengan spektrofotometer serapan atom (15)

IV.3.2.1 Penyiapan Larutan Contoh

Ditimbang saksama 1,000 g contoh di dalam cawan porselin lalu diabukan pada suhu 800⁰ C dalam tanur hingga diperoleh abu yang berwarna putih kuning pucat. Kemudian dilarutkan dalam

kurang lebih 5 ml asam nitrat pekat hingga larut sempurna, dimasukkan ke dalam labu ukur 50,0 ml dan dicukupkan volumenya dengan air suling hingga 50,0 ml. Dari larutan ini dipipet 1,0 ml kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 10,0 ml lalu dicukupkan volumenya hingga 10,0 ml.

IV.3.2.2 Penetapan kadar logam timbal dalam krim penghitam rambut dengan spektrofotometer serapan atom

IV.3.2.1.1 Pembuatan larutan baku (20)

- Ditimbang saksama sebanyak 0,1598 g timbal(II)nitrat dan dilarutkan dalam 1 ml asam nitrat pekat dan diencerkan dengan air suling sampai batas tanda pada labu ukur 1000,0 ml sehingga didapatkan konsentrasi 100 bpj.
- Dari larutan ini dipipet 2,0 ml, 4,0 ml, 6,0 ml, 8,0 ml, 10,0 ml lalu diencerkan hingga 100 ml dengan air suling dalam labu ukur 100,0 ml hingga diperoleh konsentrasi larutan standar 2 bpj, 4 bpj, 6 bpj, 8 bpj dan 10 bpj.

IV.3.2.1.2 Kondisi optimum logam timbal

- Panjang gelombang 217 nm
- Arus lampu 7 mA
- Lebar celah (slit) 1,9 nm

- Tinggi nyala 7 mm
- Laju aliran udara 10 l/menit
- Laju aliran asetilen 5 l/menit

IV.3.2.1.3 Pengukuran logam timbal dalam contoh dengan spektrofotometer serapan atom.

- Ke dalam nyala udara asetilen diaspirasikan air dan alat pengatur dijadikan nol.
- Secara berturut-turut diaspirasikan larutan baku menurut bertambahnya konsentrasi.
- Nilai absorban larutan baku tersebut dicatat
- Larutan contoh kemudian diaspirasikan ke dalam nyala yang sebelumnya telah aspirasikan dengan air suling untuk menolak alat
- Nilai-nilai absorban contoh kemudian dicatat
- Dibuat persamaan garis regresi linier dari absorban hasil pengukuran larutan standar
- Absorban hasil pengukuran contoh dimasukkan ke dalam persamaan regresi linier sehingga diperoleh konsentrasi contoh.

IV.4 Analisis Data

Dari hasil pengukuran serapan larutan baku dengan panjang gelombang tertentu, dibuat grafik antara serapan dan konsentrasi untuk masing-masing logam, di mana nilai-nilai absorban pada sumbu Y dan nilai-nilai konsentrasi pada sumbu X, kemudian ditarik masing-masing titik tersebut sehingga diperoleh persamaan garis lurus :

$$Y = a + bX, \text{ dimana}$$

a = adalah suatu konstanta

b = adalah $\text{tg } \alpha$

nilai a dan b dapat dihitung dengan menggunakan rumus :

$$a = \frac{\sum Y - b \cdot \sum X}{n}$$

$$b = \frac{n \cdot \sum XY - \sum X \cdot \sum Y}{n \sum X_i^2 - (\sum X_i)^2}$$

Jika nilai a dan b telah diperoleh, maka antara serapan dan konsentrasi uji korelasinya dengan menggunakan persamaan koefisien korelasi sebagai berikut :

$$r = \frac{n \cdot \sum XY - \sum X \cdot \sum Y}{\sqrt{\{n \sum X^2 - (\sum X)^2\} \{n \sum Y^2 - (\sum Y)^2\}}}$$

Nilai r secara teori adalah :

+ 1 = berarti korelasi positif

0 = berarti tidak ada korelasi

- 1 = berarti korelasi negatif

pada penelitian ini data yang diperoleh kemudian diolah secara statistik menggunakan rancangan acak lengkap, digunakan taraf signifikan 1% atau 5%, sehingga apabila harga F hasil lebih besar dari F tabel, berarti terdapat perbedaan yang berarti (signifikan) dan apabila harga F lebih kecil dari F tabel, berarti tidak terdapat perbedaan yang berarti (non signifikan).

BAB V

HASIL DAN PEMBAHASAN

V.1 Hasil

Hasil analisis kandungan logam timbal dalam krim penghitam rambut secara spektrofotometri serapan atom terhadap lima merek krim yang beredar di beberapa pasar swalayan di Makassar memperlihatkan hasil sebagai berikut : untuk merek A, kadar rata-rata logam timbal adalah 0,13 %, untuk merek B, kadar rata-rata logam timbal adalah 0,25%, untuk merek C, kadar rata-rata logam timbal adalah 0,22%, untuk merek D, kadar rata-rata logam timbal adalah 0,26% dan untuk merek E, kadar rata-rata logam timbal adalah 0,62%.

Pada analisis kualitatif yang dilakukan untuk tiap contoh, diperoleh hasil positif mengandung logam timbal untuk semua pereaksi yang digunakan untuk semua merek yang diuji.

V.2 Pembahasan

Analisis logam timbal dalam krim penghitam rambut yang beredar di Makassar dilakukan secara spektrofotometri serapan atom setelah contoh didestruksi kering pada suhu 800° C dan penambahan asam nitrat pekat. Dalam penelitian ini digunakan asam nitrat sebagai pelarut untuk logam timbal sebab garam-garam nitrat dari timbal dapat larut dalam air.

Analisis logam timbal dalam krim penghitam rambut ini menggunakan alat ukur spektrofotometer serapan atom dengan pertimbangan bahwa alat ini

merupakan alat yang dapat mengukur kadar logam dalam sampel dalam jumlah yang sangat kecil dengan hasil yang akurat.

Hasil analisis menunjukkan adanya logam timbal dalam tiap contoh merek yang diuji, baik menggunakan analisis kualitatif dengan reaksi kimia maupun dengan cara spektrofotometri serapan atom. Analisis kualitatif ini dilakukan dengan terlebih dahulu mengabukan contoh hingga diperoleh abu yang kemudian dilarutkan dalam air dengan metode yang sama dengan pada saat dilakukan analisa dengan spektrofotometer serapan atom. Hal ini disebabkan karena contoh dalam bentuk krim tidak dapat langsung diuji dengan larutan pereaksi karena timbal yang terdapat di dalam contoh masih terikat dengan bahan pembawa yang digunakan dalam krim sehingga timbal tersebut tidak akan bereaksi dengan pereaksi yang digunakan. Adanya logam timbal dalam krim penghitam rambut ini karena logam tersebut merupakan bahan utama pembentukan warna hitam pada rambut pada proses penghitaman rambut yang dilakukan secara bertahap.

Dari hasil yang diperoleh dapat dilihat bahwa kadar logam timbal yang terdapat dalam masing-masing merek berbeda nyata dengan persentase terendah pada merek A yakni 0,13% dan persentase tertinggi pada merek E yakni 0,62%. Perbedaan ini kemungkinan disebabkan pada pertimbangan formulasi masing-masing pabrik yang memproduksi krim tersebut, yang juga dapat mengacu pada kebutuhan pasar atau konsumen.

Analisis statistik dengan metode rancangan acak lengkap (RAL) memperlihatkan perbedaan yang sangat nyata antara masing-masing merek yang

diuji baik pada taraf 5% dan 1%. Kadar terendah terdapat pada merek A sedangkan kadar tertinggi terdapat dalam merek E. Kandungan logam timbal dalam merek A, B, C, dan D memenuhi syarat sedangkan merek E tidak memenuhi syarat, dimana persyaratan untuk penggunaan logam timbal dalam krim penghitam rambut yang ditetapkan oleh FDA (Food and Drug Administration) adalah tidak lebih dari 0,6%. Dengan demikian konsentrasi logam timbal yang terdapat dalam merek A, B, C dan D tidak melebihi persyaratan yang ditetapkan oleh FDA, sedangkan merek E melebihi persyaratan, dengan penyimpangan 3,3%. Dengan demikian merek A, B, C, dan D layak untuk digunakan sedangkan merek E tidak.

BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN

VI.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian, hasil analisis statistik dan pembahasan hasil penelitian, disimpulkan bahwa :

1. Semua merek yang diuji terbukti mengandung logam timbal.
2. Konsentrasi logam timbal yang terdapat dalam tiap merek berbeda nyata antara 0,13 – 0,62%
3. Dari lima merek yang diuji, merek A, B, C, D tidak melampau persyaratan yang ditetapkan oleh FDA sedangkan merek E melampaui persyaratan, dengan penyimpangan 3,3%, dengan demikian merek A, B, C, dan D memenuhi syarat sedangkan merek E tidak.

VI. Saran

Sebaiknya dilakukan juga penelitian kandungan logam berat dan uji iritasi dalam krim pewarna rambut merek lain dengan warna yang berbeda yang sering digunakan oleh konsumen.

DAFTAR PUSTAKA

1. Balsam, M.S., Sagarin, E., (ed), (1972), *Cosmetics Science and Technology*, Volume II, second edition, Wiley Interscience, New York, 279, 325-326.
2. Jellinek, S.J., (1970), *Formulation and Function of Cosmetics*, Wiley Interscience, New York, 472-485.
3. Keithler, R., (1956), *The Formulation of Cosmetics and Cosmetics Specialties*, Drug and Cosmetics Industry, New York, 207.
4. FDA/Industry Activities Staff Booklet., (1992), *Cosmetics Handbook*, Food and Drug Administration, United States Of America, vm.cfsan.fda.gov/~dms/cos-hdb3.html.
5. Gan, S., dkk., (1987), *Farmakologi dan Terapi*, Edisi III, Bagian Farmakologi Fakultas Kedokteran Universitas Indonesia, Jakarta, 781-786.
6. Klaassen, C.D., et al., (ed), *Toxicology The Basic Science of Poisons*, third edition, Macmillan Publishing Company, New York, 599-600.
7. Balsam, M.S., Sagarin, E., (ed), (1972), *Cosmetics Science and Technology*, volume I, second edition, Wiley Interscience Publishing, New York.
8. Departemen Kesehatan Republik Indonesia, (1991), Peraturan Menteri Kesehatan Tentang Wajib Daftar Alat Kesehatan Rumah Tangga, No.140/MENKES/PER/III/1991, 1-4.
9. Ditjen POM, (1995), *Farmakope Inonesia*, Edisi III, Departemen Kesehatan RI, Jakarta, 8, 767.
10. Brain, M., (1998), *How Hair Coloring Works*, Howstuffworks.com, inc, US

www.howstuffworks.com/haircoloring.htm.

11. Patlak, M., (1993), *Hair Dye Dillema*, Food Drug Administration Home Page, USA, www.fda.gov/bbs/topics/CONSUMER/CON00205.html.
12. Palar, H., (1994), *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*, Cetakan I, Rineka Cipta, Jakarta, 116-127.
13. Hutagalung, H.P., (1984), *Logam Berat dalam Lingkungan Laut*, Lembaga Oseanologi Nasional, LIPI, Jakarta, 11-12
14. Svehla, G., *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*, edisi V, terjemahan L. Setiono, A. Hadyana Pudjaatmaka, 207-209
15. Van Loon, J.C., (1980), *Analytical Atomic Absorption Spectroscopy*, Academic Press, New York, 1, 223.
16. Graphes, R.H., (1999), *GBC 906 Atomic Absorption Spectrophotometer*, Victory University of Wellington, New Zealand, www.geo.vuw.ac.nz/analytical/aa.htm.
17. Day, R.A., Underwood, A.L., (1994), *Analisa Kimia Kuantitatif*, Erlangga, Jakarta, 444-447.
18. Khopkar, S.M., (1990), *Konsep Dasar Kimia Analitik*, Terjemahan A. Sapto Rahardjo, Universitas Indonesia Press, Jakarta, 274-285.
19. Cantle, E.J., (ed), (1989), *Atomic Absorption Spectrometry*, Elsevier Scientific Publishing Company, Amsterdam-Oxford-New York, 15-34.
20. Ditjen POM, (1995), *Farmakope Indonesia*, Edisi IV, Departemen Kesehatan RI, Jakarta, 6.

Tabel I. Hasil Analisa Kualitatif Logam Timbal dalam Krim Penghitam Rambut
Menggunakan Pereaksi H_2SO_4 1N dan HCl 2N.

| Merek | Pereaksi | Hasil Reaksi | | Keterangan |
|-------|---------------------------|------------------------------|------------------------------|------------|
| | | Sampel | Pustaka | |
| A | H_2SO_4 1 N + HCl 2N | Endapan Putih Tidak Larut | Endapan Putih Tidak Larut | + + |
| B | H_2SO_4 1 N + HCl 2N | Endapan Putih Tidak Larut | Endapan Putih Tidak Larut | + + |
| C | H_2SO_4 1 N + HCl 2N | Endapan Putih Tidak Larut | Endapan Putih Tidak Larut | + + |
| D | H_2SO_4 1 N + HCl 2N | Endapan Putih Tidak Larut | Endapan Putih Tidak Larut | + + |
| E | H_2SO_4 1 N + HCl 2N | Endapan Putih Tidak Larut | Endapan Putih Tidak Larut | + + |

Keterangan:

(+) = Hasil positif mengandung logam Timbal

Tabel II. Hasil Analisa Kualitatif Logam Timbal dalam Krim Penghitam Rambut
Menggunakan Pereaksi H_2SO_4 1N dan HNO_3 10%.

| Merek | Pereaksi | Hasil Reaksi | | Keterangan |
|-------|--------------------------------|------------------------------|------------------------------|------------|
| | | Sampel | Pustaka | |
| A | H_2SO_4 1 N + HNO_3 10% | Endapan Putih Tidak Larut | Endapan Putih Tidak Larut | + + |
| B | H_2SO_4 1 N + HNO_3 10% | Endapan Putih Tidak Larut | Endapan Putih Tidak Larut | + + |
| C | H_2SO_4 1 N + HNO_3 10% | Endapan Putih Tidak Larut | Endapan Putih Tidak Larut | + + |
| D | H_2SO_4 1 N + HNO_3 10% | Endapan Putih Tidak Larut | Endapan Putih Tidak Larut | + + |
| E | H_2SO_4 1 N + HNO_3 10% | Endapan Putih Tidak Larut | Endapan Putih Tidak Larut | + + |

Keterangan:

(+) = Hasil positif mengandung logam Timbal

Tabel III. Hasil Analisa Kualitatif Logam Timbal dalam Krim Penghitam Rambut
Menggunakan Pereaksi H_2SO_4 1N dan NaOH 1N.

| Merek | Pereaksi | Hasil Reaksi | | Keterangan |
|-------|----------------------------|------------------------|------------------------|------------|
| | | Sampel | Pustaka | |
| A | H_2SO_4 1 N + NaOH 1N | Endapan Putih Larut | Endapan Putih Larut | + + |
| B | H_2SO_4 1 N + NaOH 1N | Endapan Putih Larut | Endapan Putih Larut | + + |
| C | H_2SO_4 1 N ÷ NaOH 1N | Endapan Putih Larut | Endapan Putih Larut | + + |
| D | H_2SO_4 1 N + NaOH 1N | Endapan Putih Larut | Endapan Putih Larut | + + |
| E | H_2SO_4 1 N + NaOH 1N | Endapan Putih Larut | Endapan Putih Larut | + + |

Keterangan:

(+) = Hasil positif mengandung logam Timbal

Tabel IV. Hasil Analisa Kualitatif Logam Timbal dalam Krim Penghitam Rambut
Menggunakan Pereaksi NaOH 1N.

| Merek | Pereaksi | Hasil Reaksi | | Keterangan |
|-------|-----------------------|------------------------|------------------------|------------|
| | | Sampel | Pustaka | |
| A | NaOH 1N + berlebih | Endapan Putih Larut | Endapan Putih Larut | + + |
| B | NaOH 1N + berlebih | Endapan Putih Larut | Endapan Putih Larut | + + |
| C | NaOH 1N + berlebih | Endapan Putih Larut | Endapan Putih Larut | + + |
| D | NaOH 1N + berlebih | Endapan Putih Larut | Endapan Putih Larut | + + |
| E | NaOH 1N + berlebih | Endapan Putih Larut | Endapan Putih Larut | + + |

Keterangan:

(+) = Hasil positif mengandung logam Timbal

Tabel V. Hasil Analisa Kualitatif Logam Timbal dalam Krim Penghitam Rambut
Menggunakan Pereaksi K_2CrO_4 10% dan NaOH 1N.

| Merek | Pereaksi | Hasil Reaksi | | Keterangan |
|-------|-----------------------------|-------------------------|-------------------------|------------|
| | | Sampel | Pustaka | |
| A | K_2CrO_4 10% + NaOH 1N | Endapan Kuning Larut | Endapan Kuning Larut | + + |
| B | K_2CrO_4 10% + NaOH 1N | Endapan Kuning Larut | Endapan Kuning Larut | + + |
| C | K_2CrO_4 10% + NaOH 1N | Endapan Kuning Larut | Endapan Kuning Larut | + + |
| D | K_2CrO_4 10% + NaOH 1N | Endapan Kuning Larut | Endapan Kuning Larut | + + |
| E | K_2CrO_4 10% + NaOH 1N | Endapan Kuning Larut | Endapan Kuning Larut | + + |

Keterangan:

(+) = Hasil positif mengandung logam Timbal

Tabel VI. Hasil Analisa Kualitatif Logam Timbal dalam Krim Penghitam Rambut Menggunakan Pereaksi Na_2S .

| Merek | Pereaksi | Hasil Reaksi | | Keterangan |
|-------|-----------------------|---------------|---------------|------------|
| | | Sampel | Pustaka | |
| A | Na_2S | Endapan Hitam | Endapan Hitam | + |
| B | Na_2S | Endapan Hitam | Endapan Hitam | + |
| C | Na_2S | Endapan Hitam | Endapan Hitam | + |
| D | Na_2S | Endapan Hitam | Endapan Hitam | + |
| E | Na_2S | Endapan Hitam | Endapan Hitam | + |

Keterangan:

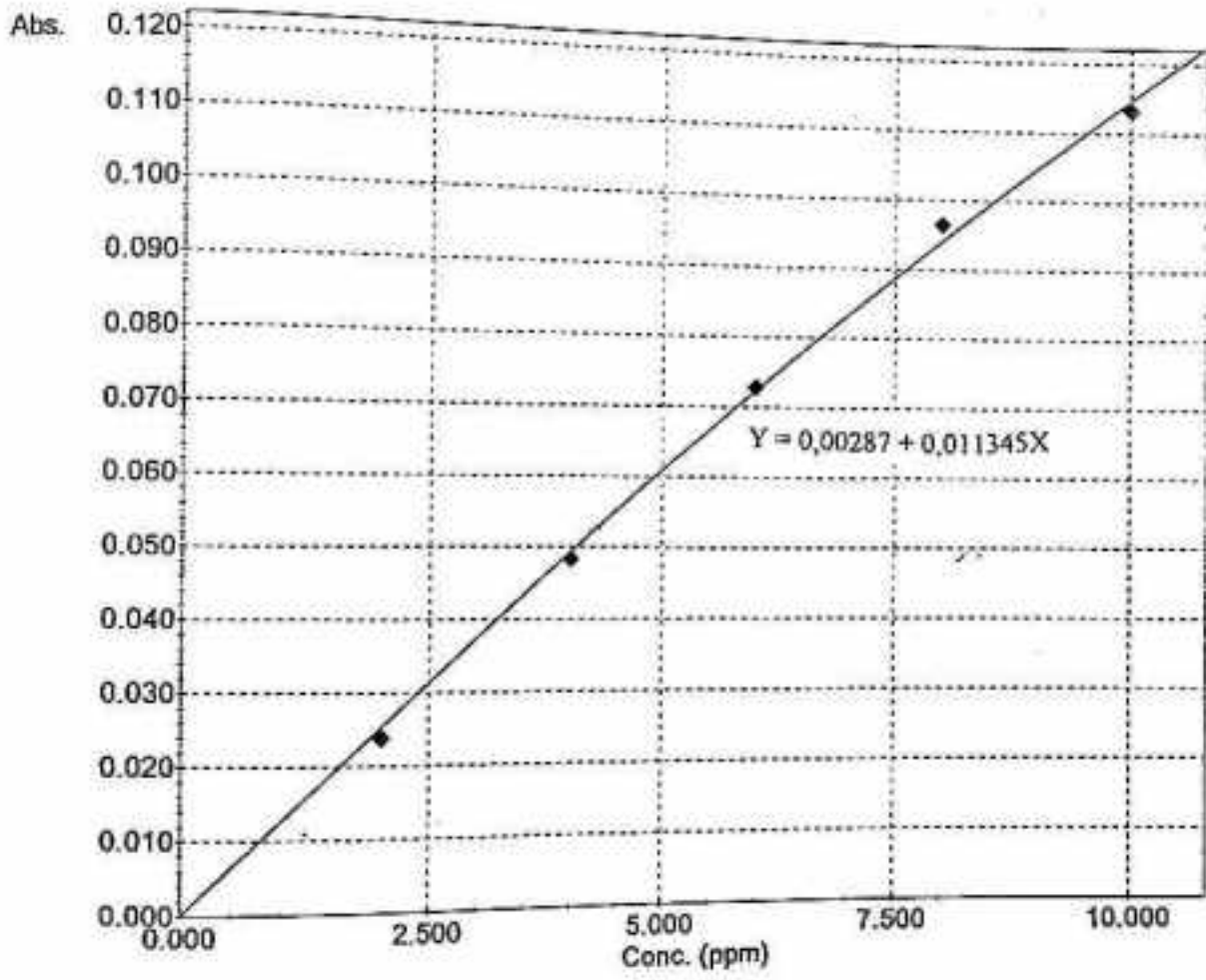
(+) = Hasil positif mengandung logam Timbal

Tabel VII Hasil Pengukuran Serapan Larutan Baku Timbal pada Panjang Gelombang 217 nm

| Konsentrasi (bpj) | Serapan |
|-------------------|---------|
| 2,0000 | 0,0238 |
| 4,0000 | 0,0484 |
| 6,0000 | 0,0728 |
| 8,0000 | 0,0965 |
| 10,0000 | 0.1132 |

Tabel VIII. Hasil Analisis Logam Timbal dalam Krim Penghitam Rambut secara Spektrofotometri Serapan Atom pada Panjang Gelombang 217 nm

| Merek | Serapan | Konsentrasi (bpj) | Konsentrasi (%) | Rata-rata (%) |
|-------|---------|-------------------|-----------------|---------------|
| A | 0,0324 | 2,6029 | 0,129 | 0,13 |
| | 0,0321 | 2,5765 | 0,127 | |
| | 0,0322 | 2,5853 | 0,128 | |
| B | 0,0590 | 4,9475 | 0,246 | 0,25 |
| | 0,0594 | 4,9828 | 0,245 | |
| | 0,0592 | 4,9651 | 0,247 | |
| C | 0,0540 | 4,5068 | 0,224 | 0,22 |
| | 0,0534 | 4,4539 | 0,220 | |
| | 0,0537 | 4,4804 | 0,223 | |
| D | 0,0622 | 5,2296 | 0,260 | 0,26 |
| | 0,0624 | 5,2472 | 0,261 | |
| | 0,0623 | 5,2384 | 0,260 | |
| E | 0,1517 | 11,0654 | 0,550 | 0,62 |
| | 0,1526 | 13,1979 | 0,653 | |
| | 0,1522 | 13,1626 | 0,652 | |



Gambar 3. Kurva Baku Larutan Baku Timbal

Lampiran A : Perhitungan Kadar Logam Timbal dalam Krim Penghitam Rambut

Contoh Perhitungan Hasil Analisis Logam Timbal

Jenis Contoh : A₁

Serapan (Y) : 0,0324

Volume Contoh : 50 ml

Pengenceran : 10 ×

Dari perhitungan diperoleh persamaan regresi linier untuk logam timbal sebagai berikut:

$$Y = 0,00287 + 0,011345X$$

sehingga :

$$X = \frac{0,0324 - 0,00287}{0,011345}$$

$$= 2,6029 \text{ ug/ml}$$

karena jumlah sampel yang digunakan dalam pengukuran adalah 1 gram, maka konsentrasi logam timbal untuk setiap sampel adalah sebagai berikut:

$$= \frac{26,0290 \text{ ug/ml} \times 50 \text{ ml}}{1,004 \text{ gram}}$$

$$= 1296 \text{ ug/g}$$

$$= 1,296 \text{ mg/g}$$

$$= 0,129 \%$$

Lampiran B. Hasil Perhitungan Regresi Linier Larutan Baku Timbal

Contoh Perhitungan Regresi Linier Logam Timbal

| X | Y | XY | X ² | Y ² |
|----------------------|-------------------------|--------|----------------|--------------------------|
| 2,0000 | 0,0238 | 0,0476 | 4 | $5,6644 \times 10^{-4}$ |
| 4,0000 | 0,0484 | 0,1936 | 16 | $2,3425 \times 10^{-3}$ |
| 6,0000 | 0,0728 | 0,4368 | 36 | $5,2998 \times 10^{-3}$ |
| 8,0000 | 0,0965 | 0,7720 | 64 | $9,3123 \times 10^{-3}$ |
| 10,0000 | 0,1132 | 1,1320 | 100 | $12,8142 \times 10^{-3}$ |
| $\Sigma X = 30$ | $\Sigma Y = 0,3547$ | 2,5820 | 220 | 0,0303 |
| $(\Sigma X)^2 = 900$ | $(\Sigma Y)^2 = 0,1258$ | | | |

Persamaan garis regresi linier : $Y = a + bX$

dimana Y = serapan dan X = konsentrasi (bpj)

Berdasarkan rumus :

$$a = \frac{\Sigma Y - b \cdot \Sigma X}{n} \quad b = \frac{n \cdot \Sigma XY - \Sigma X \cdot \Sigma Y}{n \Sigma X_i^2 - (\Sigma X_i)^2}$$

maka diperoleh :

$$a = 0,00287 \quad b = 0,011345$$

sehingga persamaan regresinya adalah :

$$Y = 0,00287 + 0,011345X$$

Lampiran C. Hasil Perhitungan Analisis Statistik dengan Metode Rancangan Acak Lengkap

| Perlakuan | Replikasi | | | Jumlah | Rata-rata |
|-----------|-----------|-------|-------|--------|-----------|
| A | 0,129 | 0,127 | 0,128 | 0,384 | 0,13 |
| B | 0,246 | 0,245 | 0,247 | 0,738 | 0,25 |
| C | 0,224 | 0,220 | 0,223 | 0,667 | 0,22 |
| D | 0,260 | 0,261 | 0,260 | 0,781 | 0,26 |
| E | 0,550 | 0,653 | 0,652 | 1,855 | 0,62 |
| Total | | | | 4,425 | 1,48 |

$$\text{JK perlakuan} = \frac{(0,384)^2 + (0,738)^2 + \dots + (1,855)^2}{3} - \frac{(4,425)^2}{15}$$

$$= 0,4240$$

$$\text{JK total} = (0,129)^2 + (0,127)^2 + \dots + (0,652)^2 - \frac{(4,425)^2}{15}$$

$$= 0,4248$$

Tabel Analisa Ragam

| Sumber Keragaman | DB | JK | KT | F _H | F _T | |
|------------------|----|--------|--------------------|----------------|----------------|--------|
| | | | | | α 0,05 | α 0,01 |
| Perlakuan | 4 | 0,4240 | 0,1060 | 1325 | 3,48 | 5,99 |
| Galat | 10 | 0,0008 | 8×10 ⁻⁵ | | | |
| Total | 14 | 0,4248 | | | | |

$F_H > F_T$: Pada taraf α 0,05 dan α 0,01 berarti ada perbedaan yang sangat nyata (**). Dalam hal ini berarti terdapat perbedaan konsentrasi logam timbal dalam tiap merek.

Analisa Antar Perlakuan dengan Uji BNT

$$\begin{aligned}
 \text{BNT} &= t_{\alpha/2, N-a} \sqrt{\frac{2 \cdot \text{RK galat}}{n}} \\
 &= 2,228 \sqrt{\frac{2(8 \times 10^{-5})}{3}} \\
 &= 0,016
 \end{aligned}$$

dimana :

N = Jumlah data

a = Banyaknya taraf perlakuan

n = Banyaknya replikasi

diuji pada taraf α 0,05, DB = 4

$$\bar{A} = 0,128$$

$$\bar{C} = 0,222$$

$$\bar{E} = 0,620$$

$$\bar{B} = 0,246$$

$$\bar{D} = 0,260$$

Perbandingan Antar Perlakuan

| No. | Perbandingan antar perlakuan | Selisih rata-rata | BNT | Keterangan |
|-----|------------------------------|-------------------|-------|------------|
| 1. | $\bar{A} - \bar{B}$ | 0,118 | 0,016 | ** |
| 2. | $\bar{A} - \bar{C}$ | 0,094 | 0,016 | ** |
| 3. | $\bar{A} - \bar{D}$ | 0,132 | 0,016 | ** |
| 4. | $\bar{A} - \bar{E}$ | 0,492 | 0,016 | ** |
| 5. | $\bar{B} - \bar{C}$ | 0,024 | 0,016 | ** |
| 6. | $\bar{B} - \bar{D}$ | 0,014 | 0,016 | * |
| 7. | $\bar{B} - \bar{E}$ | 0,374 | 0,016 | ** |
| 8. | $\bar{C} - \bar{D}$ | 0,038 | 0,016 | ** |
| 9. | $\bar{C} - \bar{E}$ | 0,398 | 0,016 | ** |
| 10. | $\bar{D} - \bar{E}$ | 0,360 | 0,016 | ** |

** = Ada perbedaan yang sangat nyata

* = Ada perbedaan nyata

Lampiran D. Skema Kerja

