



UNIVERSITAS INDONESIA

**ANALISIS KANDUNGAN LOGAM TIMBAL DAN TEMBAGA
PADA PEWARNA RAMBUT DAN RAMBUT PEMAKAI
PEWARNA RAMBUT SECARA SPEKTROFOTOMETRI
SERAPAN ATOM**

SKRIPSI

SALMI HAYATI

0806364731

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI EKSTENSI FARMASI
DEPOK
DESEMBER 2010**



UNIVERSITAS INDONESIA

**ANALISIS KANDUNGAN LOGAM TIMBAL DAN TEMBAGA
PADA PEWARNA RAMBUT DAN RAMBUT PEMAKAI
PEWARNA RAMBUT SECARA SPEKTROFOTOMETRI
SERAPAN ATOM**

SKRIPSI

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Farmasi**

**SALMI HAYATI
0806364731**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI EKSTENSI FARMASI
DEPOK
DESEMBER 2010**

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri, dan semua Sumber baik yang dikutip maupun dirujuk telah saya nyatakan dengan benar.

Nama : Salmi Hayati

NPM : 0806364731

Tanda Tangan : 

Tanggal : 30-12-2010

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :

Nama : Salmi Hayati
NPM : 0806364731
Program Studi : Ekstensi Farmasi
Judul Skripsi : Analisis Kandungan Logam Timbal dan Tembaga Pada Pewarna Rambut dan Rambut Pemakai Pewarna Rambut secara Spektrofotometri Serapan Atom

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi pada Program Studi Ekstensi Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia

DEWAN PENGUJI

Pembimbing I : Dra. Maryati Kurniadi M.Si., Apt
Pembimbing II : Dra. Azizahwati, M.S, Apt
Penguji I : Dr. Harmita
Penguji II : Dr. Hasan Rachmat
Penguji III : Dr. Jahja Atmadja

(Signature)
(Signature)
(Signature)
(Signature)

Ditetapkan di : Depok
Tanggal : 30-12-2010

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur saya panjatkan kepada Allah SWT, karena atas berkat dan rahmat-Nya, saya dapat menyelesaikan skripsi ini. Penulisan skripsi ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Farmasi pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia. Saya menyadari bahwa, tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan skripsi ini, sangatlah sulit bagi saya untuk menyelesaikan skripsi ini. Oleh karena itu, saya mengucapkan terima kasih kepada:

1. Ibu Prof. Dr. Yahdiana Harahap, MS, selaku Ketua Departemen Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.
2. Ibu Dra. Maryati Kurniadi, Msi., Apt selaku dosen pembimbing I dan Dra. Azizahwati, MS, Apt. selaku dosen pembimbing II atas bimbingan dan saran yang begitu besar selama penelitian dan penyusunan skripsi ini.
3. Bapak Sutriyo, M.Si selaku Pembimbing Akademis.
4. Seluruh dosen/staf pengajar Departemen Farmasi FMIPA UI atas ilmu pengetahuan, didikan dan bantuan selama ini.
5. Keluargaku tercinta, yang tak henti-hentinya memberikan semangat,dukungan, dan doa.
6. Teman-teman angkatan 2008 program ekstensi atas kebersamaannya dan seluruh pihak yang telah memberi dukungan yang tidak dapat penulis sebutkan satu per satu. Terima kasih banyak.

Akhir kata, saya berharap Allah SWT berkenan membalas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu. Semoga skripsi ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu.

Penulis

2010

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI
KARYA ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Salmi Hayati
NPM : 0806364731
Program Studi : Ekstensi
Departemen : Farmasi
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis karya : Skripsi

demikian demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia **Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty Free Right*)** atas karya ilmiah saya yang berjudul :

Analisis Kandungan Logam Timbal dan Tembaga Pada Pewarna Rambut dan Rambut Pemakai Pewarna Rambut Secara Spektrofotometri Serapan Atom beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat, dan memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : Desember 2010

Yang menyatakan



(Salmi Hayati)

ABSTRAK

Nama : Salmi Hayati
Program studi : Farmasi
Judul : Analisis timbal dan tembaga pada pewarna rambut dan rambut pemakai pewarna rambut secara spektrofotometri serapan atom

Penggunaan timbal dan tembaga pada kosmetik mempunyai resiko yang cukup besar apabila dikonsumsi secara langsung. Efek toksik yang ditimbulkan di antaranya reaksi toksik topikal pada kulit dan kepala, kerusakan pada jaringan rambut, gangguan penyakit kulit seperti gatal-gatal, nyeri, dermatitis serta dapat juga menimbulkan keracunan sistemik (peradangan dan kerusakan organ ginjal dan hati, demam, gangguan syaraf). Penelitian ini bertujuan untuk menganalisa kandungan timbal dan tembaga dalam pewarna rambut serta rambut pemakai pewarna rambut. Sampel pewarna rambut di destruksi dengan asam nitrat 65% dan asam perklorat 60% menggunakan lempeng pemanas (*hot plate*) pada suhu 100°C. Larutan hasil destruksi dianalisis menggunakan spektrofotometer serapan atom. Sampel rambut dikeringkan dalam oven pada suhu 50°C kemudian dilakukan destruksi basah dengan asam nitrat 65% dan asam perklorat 60% menggunakan lempeng pemanas (*hot plate*) pada suhu 100°C. Larutan hasil destruksi di analisis menggunakan spektrofotometer serapan atom.

Hasil penelitian menunjukkan kadar timbal dan tembaga dalam pewarna rambut merek A dan B masih dalam batas kadar yang diizinkan berdasarkan Surat Keputusan Menteri Kesehatan RI No 376/MenKes/Per/VIII/1990 sebesar 2% dan berdasarkan *Food Drugs Administration*, maksimum kadar timbal asetat sebesar 0,6% w/v dan kadar tembaga sebesar kurang dari 0,6% w/v. Rata-rata kadar timbal dalam rambut pemakai pewarna rambut merek A dan B masih dalam batas normal yakni sebesar kurang dari 12,00 mg/kg. Pada rambut pemakai pewarna rambut merek A dan B kadar tembaga telah melebihi batas normal yakni sebesar lebih dari 2,30 mg/kg.

Kata kunci : pewarna rambut, rambut, SSA, tembaga, timbal
xiii+78 halaman : 12 gambar; 20 tabel; 6 lampiran
Daftar acuan : 35 (1973-2010)

ABSTRACT

Name : Salmi Hayati
Program study : Pharmacy
Title : Analysis of Lead and Copper in Hair Dyes and Hair of Hair Dyes Users with Atomic Absorption Spectrophotometry

The use of lead and copper in cosmetics have more high risk if consumed directly. Toxic effects including toxic reaction to topical on the skin and head, damage to the hair tissue, skin disorders such as itching, pain, dermatitis and may also cause systemic toxicity (inflammation and organ damage to kidneys and liver, fever, neurological disorders). This study aims to analysis the content of lead and copper in hair and hair of hair dye users. Samples of hair dyes destructed with 65% nitric acid and perchloric acid 60% using hot plate at a temperature of 100°C. After phase of destruction, it was analyzed by atomic absorption spectrophotometer. Hair samples were dried in an oven at a temperature of 50°C and then destructed with 65% nitric acid and perchloric acid 60% using hot plate at a temperature of 100°C. After phase of destruction, it was analyzed by atomic absorption spectrophotometer.

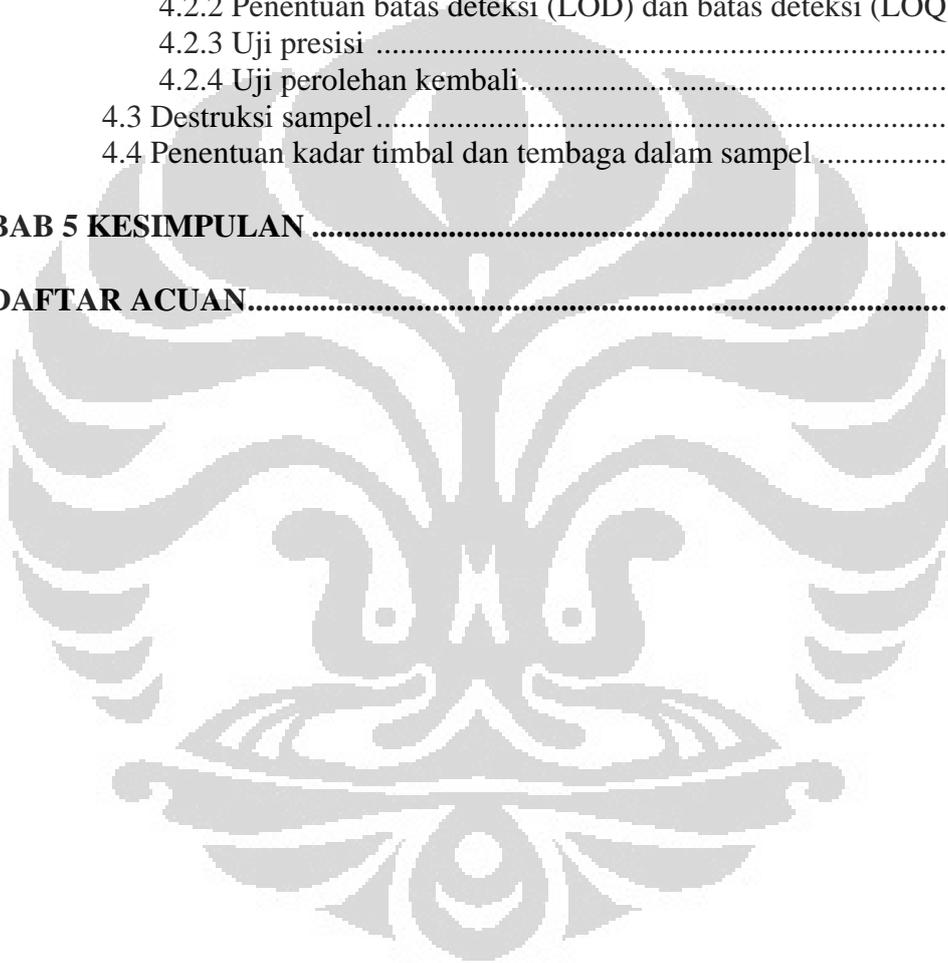
Results showed levels of lead and copper in hair dye brand A and B are still within levels permitted by the Minister of Health Decree No. 376/MenKes/Per/VIII/1990 of 2% and according to the Food and Drugs Administration, the maximum levels of the lead is 0,6% w/v and levels copper metal is less than 0,6% w/v. The average lead content in hair of hair dyes users brand A and B are still within the normal range which is less than 12,00 mg/kg, while the copper content in hair of the hair dye users has exceeded the normal limit of copper content in hair which is more than 2,30 mg/kg.

Keywords : AAS, copper, hair, hair dyes, lead
xiii + 78 pages: 12 figures; 20 tables; 6 appendices
bibliography : 35 (1973-2010)

DAFTAR ISI

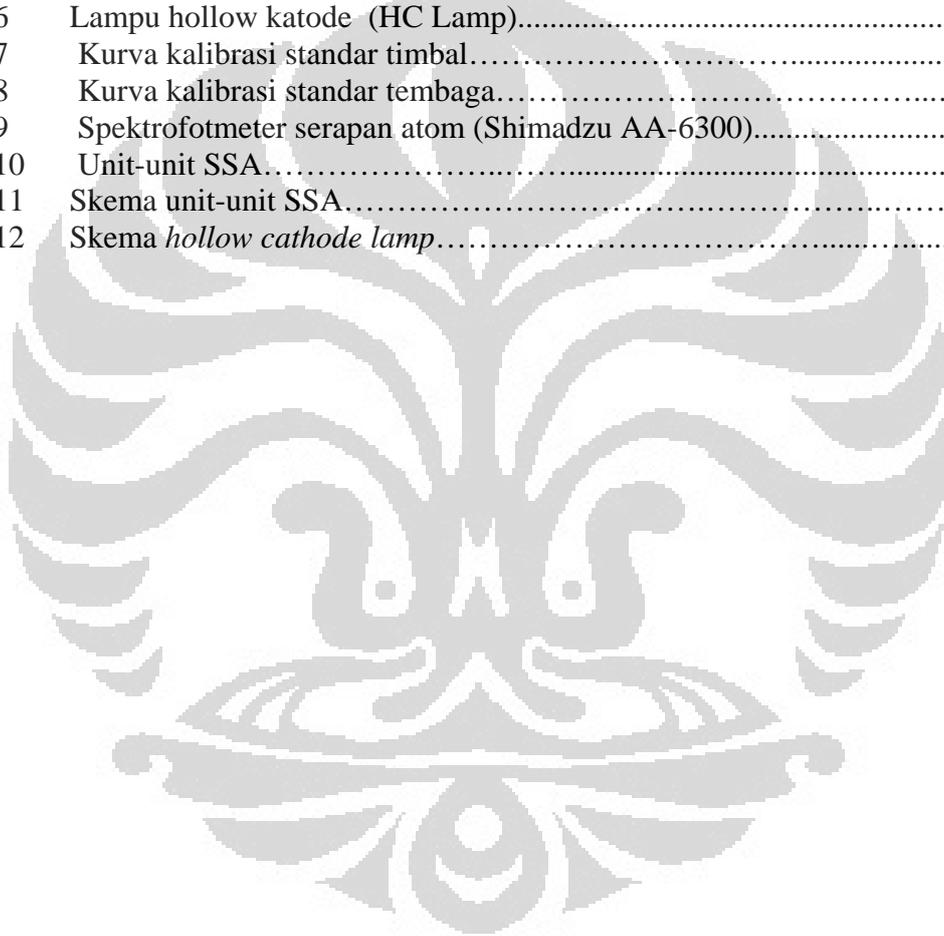
HALAMAN JUDUL.....	ii
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS.....	iii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iv
KATA PENGANTAR	v
HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS	vi
ABSTRAK	vii
ABSTRACT.....	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar belakang	1
1.2 Tujuan penelitian.....	3
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA.....	4
2.1 Rambut.....	4
2.1.1 Struktur	4
Rambut.....	6
2.2 Absorpsi pewarna rambut secara perkutan	7
2.3 Pewarna	10
Rambut.....	11
2.4 Logam berat	12
2.4.1 Timbal.....	13
2.4.2 Tembaga.....	19
2.5 Uji Batas Logam	20
Berat.....	21
2.6 Preparasi sampel untuk analisis secara spektrofotometri serapan atom.....	22
2.7 Spektrofotometri Serapan Atom	26
2.7.1 Hukum dasar SSA.....	29
2.7.2 Instrumentasi.....	29
2.7.3 Jenis-jenis gangguan pada analisis	29
SSA.....	29
2.8 Validasi metode analisis	29
BAB 3 METODE PENELITIAN.....	30
3.1 Bahan	32
3.2 Alat	34
3.3 Cara kerja	34

3.3.1 Pembuatan larutan standar	36
3.3.2 Validasi metode analisis	36
3.3.3 Penyiapan sampel	37
3.3.4 Penentuan kadar timbal dan tembaga dalam sampel	37
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN	38
4.1 Pembuatan larutan standar	39
4.2 Validasi metode analisis	41
4.2.1 Pembuatan kurva kalibrasi dan pengujian linearitas.....	42
4.2.2 Penentuan batas deteksi (LOD) dan batas deteksi (LOQ) ...	
4.2.3 Uji presisi	45
4.2.4 Uji perolehan kembali.....	
4.3 Destruksi sampel.....	46
4.4 Penentuan kadar timbal dan tembaga dalam sampel	
BAB 5 KESIMPULAN	
DAFTAR ACUAN.....	



DAFTAR GAMBAR

Gambar 1	Struktur rambut.....	4
Gambar 2	Absorpsi perkutan.....	7
Gambar 3	Rumus Bangun 1-Amino antrakuinon; 4-nitro-O-fenilendiamin; 2-amino-4-nitrofenol.....	8
Gambar 4	Rumus Bangun Parafenilendiamin.....	9
Gambar 5	Skema alat spektrofotometri serapan atom.....	23
Gambar 6	Lampu hollow katode (HC Lamp).....	24
Gambar 7	Kurva kalibrasi standar timbal.....	69
Gambar 8	Kurva kalibrasi standar tembaga.....	69
Gambar 9	Spektrofotometer serapan atom (Shimadzu AA-6300).....	70
Gambar 10	Unit-unit SSA.....	71
Gambar 11	Skema unit-unit SSA.....	72
Gambar 12	Skema <i>hollow cathode lamp</i>	72

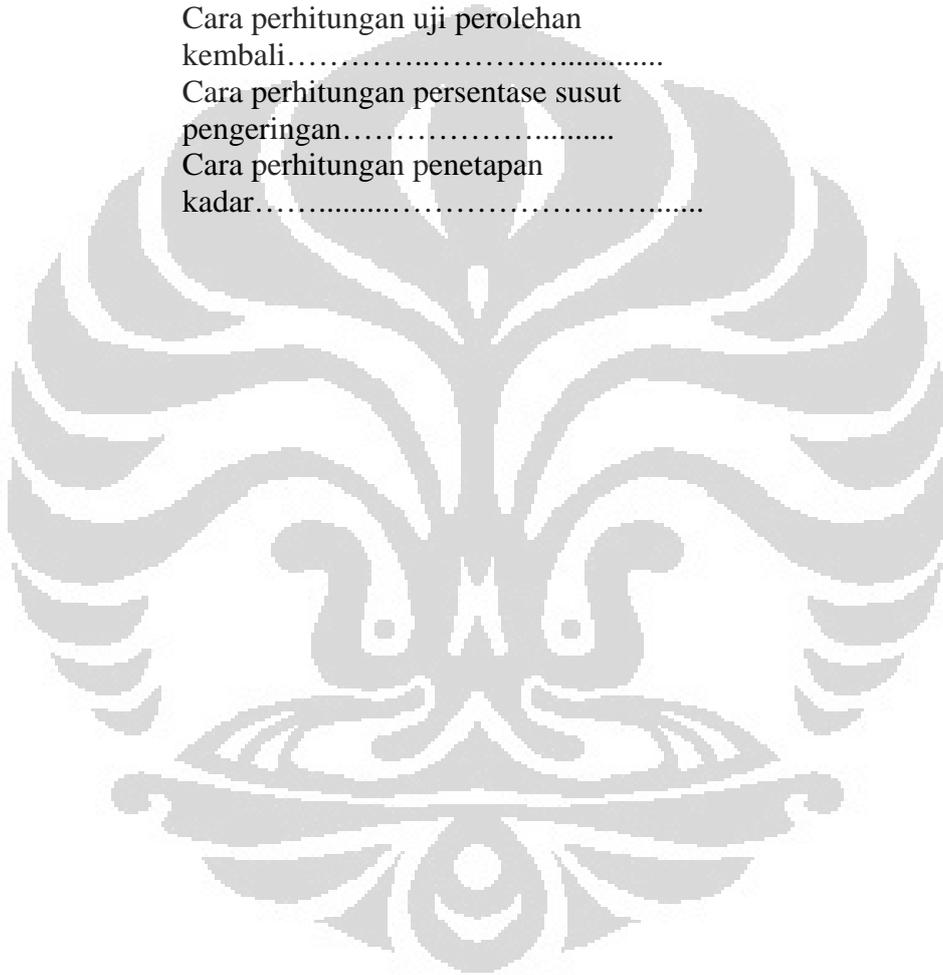


DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Rentang kesalahan yang diizinkan pada setiap konsentrasi analit pada matriks.....	49
Tabel 4.1	Data kurva kalibrasi timbal.....	50
Tabel 4.2	Data kurva kalibrasi tembaga.....	50
Tabel 4.3	Data batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) timbal.....	51
Tabel 4.4	Data batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) tembaga.....	52
Tabel 4.5	Data uji presisi timbal pada merek A.....	53
Tabel 4.6	Data uji presisi timbal pada merek B.....	54
Tabel 4.7	Data uji presisi tembaga pada merek A.....	55
Tabel 4.8	Data uji presisi tembaga pada merek B.....	56
Tabel 4.9	Data uji perolehan kembali timbal pada merek A.....	57
Tabel 4.10	Data uji perolehan kembali timbal pada merek B.....	59
Tabel 4.11	Data uji perolehan kembali tembaga pada merek A.....	61
Tabel 4.12	Data uji perolehan kembali tembaga pada merek B.....	63
Tabel 4.13	Data penentuan kadar timbal dalam pewarna rambut merek A dan B.....	65
Tabel 4.14	Data penentuan kadar tembaga dalam pewarna rambut merek A dan B.....	65
Tabel 4.15	Susut pengeringan sampel rambut.....	66
Tabel 4.16	Data penentuan kadar timbal dalam sampel rambut	67
Tabel 4.17	Data penentuan kadar tembaga dalam sampel rambut.....	68

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Cara memperoleh persamaan garis	73
Lampiran 2	linier.....	74
Lampiran 3	Cara perhitungan batas deteksi dan batas	75
Lampiran 4	kuantitasi.....	76
Lampiran 5	Cara perhitungan simpangan baku dan koefisien	77
Lampiran 6	variasi.....	78
	Cara perhitungan uji perolehan	
	kembali.....	
	Cara perhitungan persentase susut	
	pengeringan.....	
	Cara perhitungan penetapan	
	kadar.....	



BAB 1 PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pada masa sekarang ini masyarakat semakin menyadari perlunya penampilan diri yang menarik. Salah satu cara yang ditempuh yaitu dengan menggunakan kosmetika. Salah satu produk kosmetika yang banyak digunakan adalah pewarna rambut. Sediaan pewarna rambut adalah sediaan kosmetika yang digunakan dalam tata rias rambut untuk mewarnai rambut, baik untuk mengembalikan warna rambut asalnya ataupun warna lain (DepKes RI, 1985).

Pewarnaan rambut merupakan salah satu cara yang dilakukan untuk memperbaiki penampilan seseorang, baik pria maupun wanita. Penggunaan pewarna rambut tidak hanya dilakukan oleh orang-orang yang berusia lebih dari 40 tahun, tetapi juga dilakukan oleh orang-orang berusia kurang dari 40 tahun (*Hair dye dilemmas*, n.d.). Bila sudah mencapai usia lanjut, warna rambut berubah menjadi putih, yang sering kurang disukai keberadaannya. Sehingga untuk memperbaiki penampilannya umumnya orang-orang mengubah warna rambutnya (Wasiaatmadja, S. M, 1997). *The Cosmetic, Toiletry, and Fragrance Association* menyatakan bahwa sekitar 2 dari tiap 5 wanita Amerika menggunakan pewarna rambut sedangkan pada pria penggunaan pewarna rambut lebih sedikit dibandingkan wanita (*Hair dye dilemmas*, n.d.).

Pewarnaan rambut dapat dilakukan secara langsung dengan zat warna organik ataupun sintesis dan juga secara tidak langsung dengan zat warna senyawa logam (pewarna rambut progresif) ataupun pewarna rambut oksidatif. Namun, sebagian besar produk pewarna rambut menggunakan pewarna rambut oksidatif berupa p-fenilendiamin dan pasangannya berupa resorsinol (DepKes RI, 1985). Kedua senyawa ini harus memenuhi persyaratan termasuk diantaranya kadar logamnya. Selain pewarna rambut oksidatif, saat ini beredar pula pewarna rambut alami, yang kekuatan mewarnai rambut tidak sekuat pewarna rambut oksidatif.

Pewarna rambut alami berasal dari hasil isolasi tumbuhan *Lawsonia alba* yang menunjukkan adanya kontaminasi logam.

Kontaminasi logam pada pewarna rambut dibatasi jumlahnya. Menurut Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 376/ Menkes/ Per/ VIII/1990 batas penggunaan senyawa timbal asetat pada pewarna rambut tidak boleh lebih dari 2%. Pada senyawa logam seperti tembaga sulfat, nikel sulfat, dan perak nitrat batas penggunaannya kurang dari 2%. *Food and Drugs Administration* mensyaratkan konsentrasi timbal pada produk kosmetik tidak boleh melebihi 0,6% w/v (FDA, 1997).

Keberadaan senyawa logam yang berlebihan dalam pewarna rambut dapat menyebabkan senyawa logam tersebut terakumulasi di kulit kepala. Absorpsi pewarna rambut ke dalam tubuh disebabkan adanya celah anatomis pada kulit yang dapat menjadi jalan masuk zat-zat yang melekat di atasnya. Celah tersebut adalah celah antarsel epidermis, celah folikel rambut, dan celah antarsel saluran kelenjar keringat (Wasiaatmadja, 1997). Jika kandungan logam dalam tubuh telah melebihi normal, maka perlu dicurigai terjadinya keracunan pada manusia. Awal dari keracunan timbal adalah terjadinya penurunan jumlah sel darah merah (anemia) dan apabila kadar timbal dalam darah melebihi 120 ug/100g akan mengakibatkan kerusakan otak dan kematian (Darmono, 1995).

Manusia yang terpapar oleh timbal dalam batasan normal atau dalam batasan toleransi yaitu untuk rambut kurang dari 12 mg/kg. Jika kadar timbal dalam rambut kurang dari 12 mg/kg maka daya racun yang dimiliki oleh timbal tidak akan berbahaya (Palar, 1994). Pada orang yang menggunakan pewarna rambut mengandung ion timbal maka sebanyak 2% timbal dalam bentuk timbal asetat diserap ke dalam tubuh (Ying Shih., *et al*, 2003). Sedangkan kandungan tembaga pada rambut manusia normalnya $\pm 2,3$ ug/g (Tsai Yung-Yueh., *et al*, 2000).

Metode analisis terpilih adalah dengan menggunakan alat spektrofotometri serapan atom. Keunggulan dari metode ini dibandingkan dengan metode spektrofotometer UV-Vis adalah spesifik untuk logam, batas deteksi yang rendah,

dari larutan yang sama dapat mengukur unsur-unsur yang berlainan, pengukurannya langsung terhadap contoh, *output* dapat langsung dibaca, dan batas kadar penentuannya luas (Khopkar, S. M, 2007).

Berdasarkan uraian di atas, telah dilakukan penelitian untuk mengetahui kandungan timbal dan tembaga dalam pewarna rambut dan rambut pemakai pewarna rambut.

1.2 Tujuan penelitian

Menganalisis kandungan logam timbal dan tembaga pada pewarna rambut dan rambut pemakai pewarna hitam rambut.



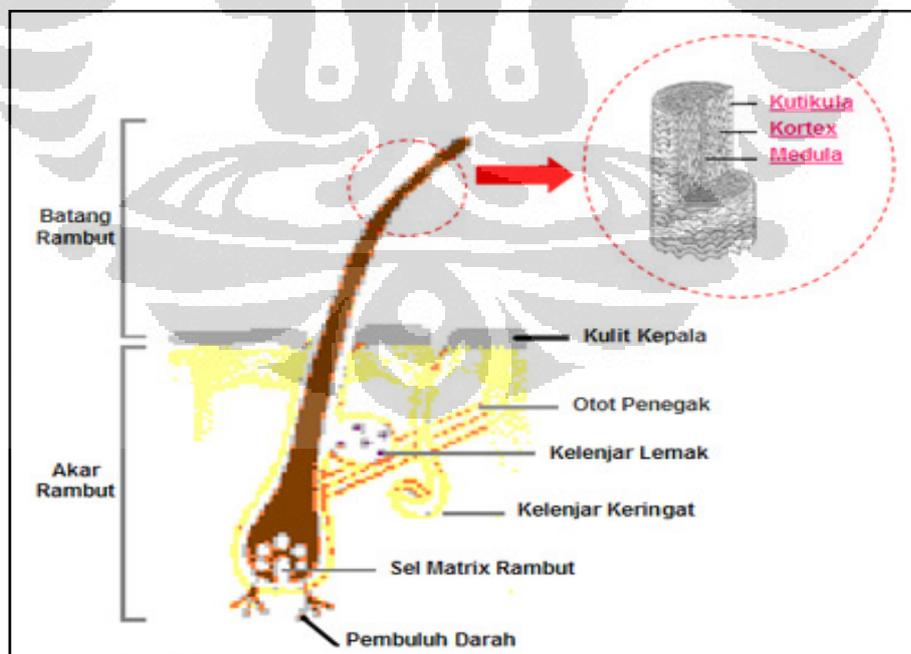
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Rambut

Rambut merupakan modifikasi dari struktur epidermis yang berasal dari kantung kecil yang terletak pada batas antara dermis dan hipodermis yang dikenal dengan nama folikel rambut. Pada dasar folikel terdapat tonjolan jaringan penghubung yang disebut papila. Papila mengandung ujung syaraf dan pembuluh darah yang membawa nutrisi bagi pertumbuhan rambut. Papila dikelilingi oleh satu lapis sel basal dan melanosit yang memproduksi sel-sel rambut dan pigmen melanin (Takeo Mitsui, 1993)

2.1.1 Struktur Rambut

Rambut terdiri dari batang rambut dan akar rambut. Pada bagian batang rambut terdapat tiga lapisan utama, yang secara konsentris dari luar kedalam dibedakan menjadi selaput rambut atau kutikula, kulit rambut atau korteks, dan sumsum rambut atau medulla (Wasitaatmadja, S. M, 1997).



Gambar 1. Struktur rambut (Struktur rambut, n.d.)

2.1.1 Batang rambut

Batang rambut merupakan bagian rambut yang ada diluar lapisan epidermis. Pada batang rambut terdapat tiga lapisan yaitu kutikula, korteks, dan medulla.

a. Kutikula

Kutikula merupakan lapisan terluar rambut yang melapisi rambut dari pangkal hingga ke ujung rambut. Kutikula tersusun dari 6-8 sel-sel tanduk pipih, keras, dan tembus cahaya. Sel-sel lapisan ini tersusun bagaikan genting, dengan tepi luarnya searah dengan arah pertumbuhan rambut. Kutikula membentuk sekitar 10-15% struktur rambut, memiliki permukaan kasar yang mengandung protein keratin. Kutikula berfungsi melindungi kulit rambut (korteks) dibawahnya, dari kerusakan dan kekeringan (Takeo Mitsui, 1993).

b. Korteks

Korteks terdiri dari sel-sel tanduk yang membentuk kumparan panjang, sejajar dengan batang rambut. Masing-masing sel tanduk dapat diuraikan lagi menjadi satuan lebih halus yang disebut mikrofibril. Setiap mikrofibril terdiri dari pilinan sekitar 11 molekul keratin yang disebut protofibril, berbentuk spiral. Pilinan protofibril berbentuk spiral ini menjadikan rambut bersifat elastis, dapat ditarik memanjang dan ketika dilepas kembali memendek ke ukuran semula (Wilkinson, J. B, 1982).

Pada tempat-tempat tertentu di sepanjang alur apiral tersebut, terdapat hubungan antar molekul yang terjadi oleh adanya ikatan hidrogen (H-H) dan ikatan disulfida (S-S). Ikatan hidrogen dapat diputus oleh air, tetapi ikatan disulfida sangat kuat dan hanya dapat diputus oleh larutan kimia seperti hidrogen-peroksida yang biasa digunakan dalam proses pengeritingan dan pelurusan rambut (Wilkinson, J. B, 1982).

Adanya ikatan hidrogen dan ikatan disulfida membuat kulit rambut elastis dan kuat. Di dalam korteks juga terdapat pigmen melanin dan pheomelanin yang warnanya lebih muda. Sel-sel kutikula dapat tembus cahaya sehingga warna rambut dapat terlihat. Korteks membentuk sekitar 90% dari struktur rambut.

Semua proses tata rambut yang menggunakan zat-zat kimiawi, berlangsung didalam korteks.

c. Medulla

Medulla terdiri dari 3-4 lapisan sel yang berbentuk kubus, berisikan keratohialin, butir-butir lemak, dan rongga udara. Selain itu juga, pada medulla berisi sejumlah kecil urea, asam urat, xantin, kreatin, glikogen, asam sitrat, asam laktat, dan sejumlah garam mineral serta enzim (Tranggono, R. I., & Latifah, F, 2007).

2.1.2 Akar Rambut

Akar rambut atau folikel rambut terletak di dalam lapisan dermal kulit. Folikel rambut dikelilingi oleh pembuluh-pembuluh darah yang memberikan nutrisi bagi rambut. Pada saluran folikel rambut bermuara kelenjar sebacea yang mengeluarkan minyak (sebum) ke batang rambut dan kulit di sekitarnya. Jika produksi sebum berlebihan, rambut dan kulit kepala akan berminyak (Tranggono, R. I., & Latifah, F, 2007).

Akar rambut terdiri dari dua bagian yaitu umbi rambut (bagian rambut yang akan terbawa jika rambut tercabut) dan papil rambut merupakan bagian yang akan tertinggal di dalam kulit meskipun rambut dicabut sampai ke akar-akarnya, sehingga akan selalu terjadi pertumbuhan rambut baru kecuali jika papil rambut itu dirusak, misalnya dengan bahan kimia atau arus listrik (Tranggono, R. I., & Latifah, F, 2007).

2.2 Absorpsi pewarna rambut secara perkutan

Absorpsi pewarna rambut ke dalam tubuh disebabkan kulit mempunyai celah anatomis yang dapat menjadi jalan masuk zat-zat yang melekat di atasnya. Celah tersebut adalah (Wasiaatmadja, S. M, 1997) :

a. Celah antarsel epidermis

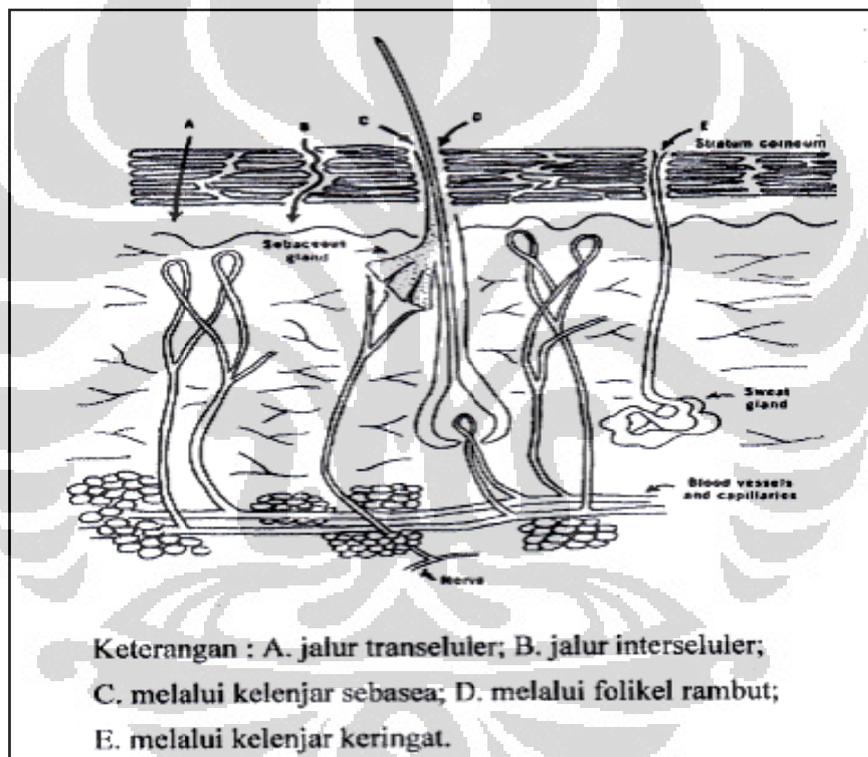
Celah antarsel epidermis tersusun berlapis dan satu sama lainnya terikat oleh jembatan antarsel, celah ini dapat dilalui oleh molekul pada kosmetika.

b. Celah folikel rambut

Celah folikel rambut merupakan celah tempat keluarnya kelenjar palit dan dapat dilalui oleh molekul kosmetika karena adanya pori-pori sehingga pewarna rambut dapat masuk ke tubuh.

c. Celah antarsel saluran kelenjar keringat

Celah antarsel saluran kelenjar keringat merupakan celah tempat keluarnya cairan keringat ke permukaan kulit melalui pori-pori kulit. Celah ini juga merupakan jalan masuk molekul kosmetika.



Gambar 2. Absorpsi perkutan (Bronaugh and Maibach, 2005)

2.3 Pewarna Rambut

Sediaan pewarna rambut adalah sediaan kosmetika yang digunakan dalam tata rias rambut untuk mewarnai rambut, baik untuk mengembalikan warna rambut asalnya ataupun warna lain (DepKes RI, 1985).

Pewarna rambut dibedakan berdasarkan pada daya lekat zat warna dan proses sistem pewarnaan. Berdasarkan daya lekat pewarna, pewarna rambut dibagi dalam tiga golongan (Wasitaatmadja, S. M, 1997).

a. Pewarna rambut temporer

Pewarna rambut temporer adalah pewarna rambut yang akan merubah warna rambut serta tidak menunjukkan efek yang tetap atas warna rambut. Sifat pewarnaannya pada rambut sebentar dan mudah dihilangkan dengan keramas menggunakan sampo. Bahan pewarna jenis ini mengandung senyawa azo atau antrakuinon yang tidak mampu masuk ke dalam batang rambut dan mudah terlepas misalnya *Acid Yellow 3* dan *Acid Orange 7* (Martin, 1982).

Uji tempel tidak perlu dilakukan untuk pewarnaan rambut temporer, jika zat warna yang digunakan termasuk zat warna yang diijinkan.

Jenis sediaan pewarna rambut temporer meliputi bilasan warna, baik dalam bentuk cairan atau serbuk; sampo warna termasuk juga kombinasinya dengan bilasan warna; krayon rambut; krim pewarnaan rambut; dan pewarnaan rambut, baik dalam bentuk semprot maupun serbuk.

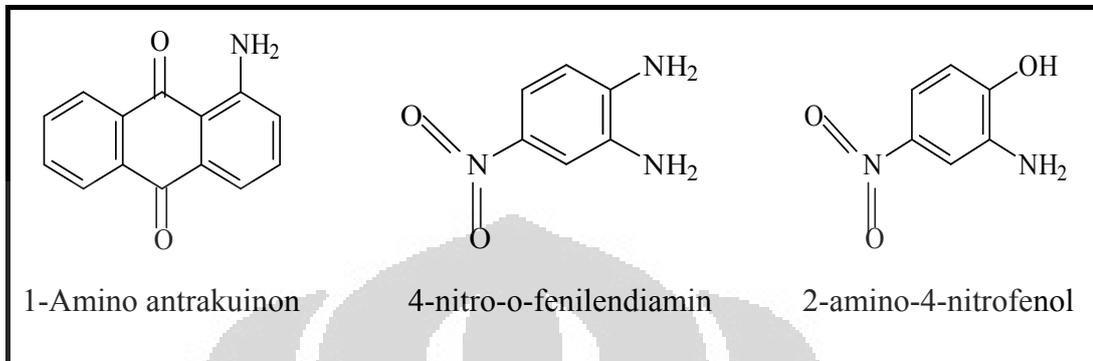
b. Pewarna rambut semipermanen

Pewarna rambut semipermanen adalah pewarna rambut yang memiliki daya lekat tidak terlalu lama; daya lekatnya ada yang 4-6 minggu, ada juga yang 6-8 minggu. Pewarna rambut ini masih dapat tahan terhadap keramas sampo, tetapi jika berulang kali keramas, zat warnanya akan luntur juga.

Untuk pewarna rambut semipermanen biasanya lebih banyak digunakan sediaan pewarna rambut langsung dibandingkan dengan sediaan pewarna rambut dengan bahan pembentuk warna. Daya penetrasi zat warna yang digunakan dalam pewarna rambut semipermanen biasanya sangat terbatas. Karena warnanya masih mudah dihilangkan dari rambut, pewarna rambut semipermanen lebih banyak digemari.

Bahan aktif pewarna rambut ini dapat berasal dari bahan alami misalnya pewarna tumbuhan semacam henna (*Lawsonia alba*) atau dari bahan sintetik,

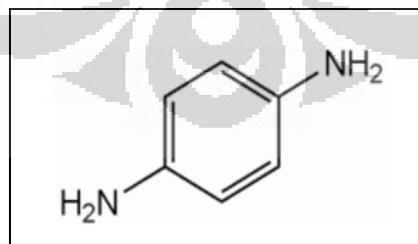
contohnya golongan *coal tar dyes* (*Direct Black 51*, *Basic Brown 16*, *Basic Brown 17*), 1-amino antrakuinon, 4-nitro-o-fenilendiamin, 2-amino-4-nitrofenol (Wasiaatmadja, S. M, 1997; Martin, 1982).



Gambar 3. Rumus Bangun 1-Amino antrakuinon; 4-nitro-O-fenilendiamin; 2-amino-4-nitrofenol

c. Pewarna permanen

Pewarna permanen yaitu pewarna yang dapat bertahan lebih lama (mingguan sampai bulanan) sehingga mampu mewarnai batang rambut seterusnya. Namun, karena rambut tumbuh maka pemakaiannya tetap harus diulang pada bagian rambut yang baru tumbuh. Disebut juga sebagai pewarna oksidasi karena pewarnaan melalui proses oksidasi di dalam batang rambut. Biasanya terdiri dari 2 bagian, yaitu bagian yang memutihkan melanin korteks rambut yaitu larutan hidrogen peroksida 2-5% dan bagian *intermediate color* yang mewarnai rambut yang sudah putih tersebut, berisi parafenilendiamin (PPDA) (Wasiaatmadja, S. M, 1997).



Gambar 4. Rumus Bangun Parafenilendiamin

Berdasarkan proses pewarna sistem pewarnaan, pewarnaa rambut dibagi dalam dua golongan (Depkes, 1985) :

a. Pewarnaan rambut langsung

Sediaan pewarnaan rambut langsung telah mengandung pewarna, sehingga dapat langsung dalam pewarnaan rambut, tanpa terlebih dahulu harus dibangkitkan dengan pembangkit warna. Pewarnaan rambut langsung dapat dilakukan dengan pewarna alami ataupun sintesis.

b. Pewarnaan rambut tidak langsung

Sediaan pewarnaan rambut tidak langsung disajikan dalam dua kemasan. Jika hendak digunakan terlebih dahulu harus dicampurkan dua isi kemasan tersebut. Pewarna rambut tidak langsung dapat dilakukan dengan pewarna senyawa logam ataupun dengan pewarna oksidatif. Pewarna senyawa logam contohnya timbal asetat, nikel sulfat, perak nitrat, dan tembaga sulfat.

2.4 Logam Berat

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

Berdasarkan densitasnya, golongan logam dapat dibagi atas dua golongan, yaitu golongan logam ringan dan logam berat. Logam berat adalah unsur yang mempunyai densitas lebih besar dari 5 g/cm^3 , dan mempunyai nomor atom 22 sampai 92 yang terletak pada periode III sampai VII dalam susunan periodik unsur (Darmono, 1995).

Logam dapat masuk ke dalam tubuh manusia melalui makanan yang dikonsumsi namun telah terkontaminasi oleh jenis logam tertentu yang

kemungkinan berasal dari peralatan memasak, wadah (makanan/minuman kaleng). Selain itu, kemungkinan dari proses inhalasi melalui saluran pernapasan seperti asap dari pabrik, proses industri, dan buangan limbah serta dengan jalan penetrasi melalui kulit. Pembuangan unsur-unsur logam berat dari tubuh antara lain dengan cara pengakumulasian di rambut (Kamal, Z., Yazid, M., Supriyanto, C, 2005).

Ion logam secara alamiah terdapat di dalam bahan makanan dan di dalam tubuh hampir semuanya berikatan dengan protein. Asam amino sistein pada keratin rambut yang menyediakan tempat untuk mengikat logam dimana ikatan yang terbentuk stabil. (Darmono, 1995)

Logam berat tidak mengalami metabolisme, tetap berada dalam tubuh dan menyebabkan efek toksik dengan cara bergabung dengan gugus ligan yang esensial bagi fungsi fisiologis normal. Logam tersebut dapat terdistribusi ke bagian tubuh manusia dan sebagian akan terakumulasikan. Jika keadaan ini berlangsung terus menerus, dalam jangka waktu lama dapat mencapai jumlah yang membahayakan kesehatan manusia (Ganiswara, 1995).

Toksisitas logam pada manusia menyebabkan beberapa akibat negatif, tetapi yang terutama adalah timbulnya kerusakan jaringan, terutama jaringan untuk proses detoksifikasi dan ekskresi (hati dan ginjal). Beberapa logam mempunyai sifat karsinogenik maupun teratogenik. Daya toksisitas ini dipengaruhi beberapa faktor yaitu kadar logam yang masuk ke tubuh, lamanya mengkonsumsi, umur, spesies, jenis kelamin, kebiasaan makan makanan tertentu, kondisi fisik dan kemampuan jaringan tubuh untuk mengakumulasi logam (Darmono, 1995).

2.4.1 Timbal

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

nomor atom 82 dengan bobot atau berat atom 207,2. Timbal meleleh pada suhu 328°C (662°F), dan titik didih 1740°C (3164°F) (Darmono, 2001).

Timbal bersifat toksik dan dapat masuk ke tubuh melalui makanan, minuman, udara, air, serta debu yang tercemar timbal. Timbal masuk ke dalam tubuh melalui jalur oral, lewat makanan, minuman, pernafasan, kontak lewat kulit, kontak lewat mata, serta lewat parenteral (Darmono, 2001).

Logam timbal digunakan sebagai zat penyusun patri atau solder dan sebagai formulasi penyambung pipa yang mengakibatkan air untuk rumah tangga mempunyai banyak kemungkinan kontak dengan timbal (Saeni, 1989). Adanya kontaminasi timbal dalam tubuh dapat diketahui melalui penentuan kadar timbal dalam darah, gigi, dan rambut. Selain dari makanan, udara, dan air, timbal dalam rambut dapat berasal dari pewarna rambut yang mengandung timbal. Timbal asetat khususnya digunakan pada proses pencelupan dan pencetakan tekstil, bahan pernis kayu, pabrik pestisida, pabrik cat, reagensia kimia, dan pewarna rambut (Cohen, A.J dan Roe, F.J.C, 1991).

Senyawa timbal dapat masuk ke dalam tubuh baik melalui makanan minuman atau penetrasi pada selaput kulit. timbal tidak dibutuhkan oleh manusia, sehingga bila makanan tercemar oleh logam tersebut, tubuh akan mengeluarkannya sebagian. Sisanya akan terakumulasi pada bagian tubuh tertentu seperti ginjal, hati, kuku, jaringan lemak dan rambut (Darmono, 1995)

Pada tingkat keracunan akut (yang jarang terjadi), keracunan timbal ditandai dengan muntah, kolik usus, suhu tubuh yang rendah, dan penurunan tekanan darah. Sedangkan pada keracunan timbal kronis akan lebih sering terjadi (pada absorpsi per hari lebih dari 1 mg dalam jangka waktu yang lama akan terjadi akumulasi akibat eliminasi yang lambat) secara perlahan akan timbul gangguan komponen darah dan sumsum tulang, sistem saraf, otot polos (terutama saluran cerna), ginjal, serta kulit dan mukosa (Mutschler, 1991).

2.4.2 Tembaga

Tembaga memiliki titik leleh 1083°C dan titik didih 2595°C (Windholz, 1976). Tembaga dengan nama kimia *Cupprum* dilambangkan dengan Cu. Unsur

logam ini berbentuk kristal dengan warna merah muda yang lunak, dapat ditempa dan liat. Tembaga dipakai sebagai logam murni atau logam campuran dalam pabrik kawat, pelapis logam, pipa dan lain-lain (Wijanto, 2005)

Tembaga digolongkan ke dalam logam berat esensial sebab unsur logam tembaga sangat dibutuhkan tubuh meski dalam jumlah yang sedikit. Tembaga dapat masuk ke dalam tubuh manusia melalui pernafasan, oral dan kulit yang berasal dari berbagai bahan yang mengandung tembaga. Tembaga juga terdapat pada tempat pembuangan limbah bahan berbahaya. Senyawa tembaga yang larut dalam air akan lebih mengancam kesehatan. Tembaga yang masuk ke dalam tubuh, dengan cepat masuk ke peredaran darah dan didistribusi ke seluruh tubuh (Wijanto, 2005).

Gejala-gejala pada keracunan akut adalah diare, muntah, kram perut, pendarahan pada jalur *gastrointestinal*. Sedangkan keracunan tembaga yang kronis dapat dilihat dengan timbulnya penyakit Wilson dan Kinsky. Gejala dari penyakit Wilson ini adalah terjadi kerusakan pada otak, penurunan kerja ginjal dan pengendapan tembaga dalam kornea mata. Penyakit Kinsky dapat diketahui dengan terbentuknya rambut yang kaku dan berwarna kemerahan pada penderita (Palar, 1994).

2. 5 Uji Batas Logam Berat (Depkes RI, 1995)

Pengujian ini dimaksudkan untuk menunjukkan bahwa cemaran logam yang dengan ion sulfida menghasilkan warna pada kondisi penetapan, tidak melebihi batas logam berat yang tertera pada masing-masing monografi, dinyatakan dalam % (bobot) timbal dalam zat uji, ditetapkan dengan membandingkan secara visual.

Penetapan jumlah logam berat dapat menggunakan Metode I, Metode II, Metode III, Metode IV, Metode V, dan Metode VI. Metode I digunakan untuk zat yang pada kondisi penetapan memberikan larutan jernih dan tidak berwarna. Metode III digunakan untuk zat yang pada kondisi Metode I tidak menghasilkan larutan jernih dan tidak berwarna, atau untuk zat yang karena sifat alam yang kompleks, mengganggu pengendapan logam oleh ion sulfida, atau untuk minyak lemak dan minyak menguap. Metode V, suatu metode digesti basah, hanya digunakan bila Metode I dan Metode III tidak dapat digunakan.

2.5.1 Metode I

a. Larutan Baku

Pipet 2 ml Larutan baku timbal ($20 \mu\text{g Pb}$) ke dalam tabung pembanding warna 50 ml dan encerkan dengan air hingga 25 ml. Atur pH antara 3-4 dengan asam asetat 1N atau ammonium hidroksida 6N menggunakan indikator kertas pH rentang pendek sebagai indikator eksternal, encerkan dengan air hingga 40 ml, campur.

b. Larutan uji

Ke dalam tabung pembanding sama 50 ml masukkan 25 ml larutan uji, atau larutkan dan encerkan dengan air hingga 25 ml sejumlah zat uji dalam gram yang dihitung dengan rumus :

$$\frac{2,0}{1000 L}$$

L adalah batas logam berat dalam persen. Atur pH antara 3-4 dengan asam asetat 1N atau ammonium hidroksida 6N menggunakan kertas indikator pH rentang pendek sebagai indikator eksternal, encerkan dengan air hingga 40 ml, campur.

Larutan monitor. Masukkan 25 ml larutan yang dibuat sama seperti larutan uji ke dalam tabung pembanding warna 50 ml, dan tambahkan 2,0 ml larutan baku timbal. Atur pH antara 3-4 dengan asam asetat 1N atau ammonium hidroksida 6N menggunakan kertas indikator pH rentang pendek sebagai indikator eksternal, encerkan dengan air hingga 40 ml, campur.

c. Prosedur

Ke dalam tiap tabung dari 3 tabung yang masing-masing berisi larutan baku, larutan uji dan larutan monitor tambahkan 10 ml hidrogen sulfida yang dibuat segar, campur, diamkan selama 5 menit. Amati permukaan dari atas pada dasar putih: warna yang terjadi pada larutan uji tidak lebih gelap dari warna yang terjadi pada larutan baku, dan intensitas warna pada larutan monitor sama atau lebih kuat dari larutan baku.

2.5.2 Metode II

a. Larutan baku timbal 2 bpj. Pipet 20 ml larutan baku timbal ($200 \mu\text{g Pb}$), encerkan dengan air hingga 100 ml.

Larutan baku timbal 1 bpj. Pipet 10 ml larutan baku timbal (100 µg Pb), encerkan dengan air hingga 100 ml.

b. Larutan uji. Lakukan seperti tertera pada masing-masing monografi.

c. Prosedur

Pada 12 ml larutan uji tambahkan 2 ml dapar asetat pH 3,5 campur, tambahkan 1,2 ml tioasetamida LP dan diamkan selama 2 menit. Warna coklat yang terjadi tidak lebih intensif dari campuran 10 ml larutan baku timbal 1 bpj atau larutan baku timbal 2 bpj dan 2 ml larutan uji yang diperlakukan sama.

2.5.3 Metode III

a. Larutan baku. Buat suspensi yang tertera pada Metode I.

b. Larutan uji. Gunakan sejumlah zat uji, dalam gram yang dihitung dengan rumus

$$\frac{2,0}{1000 L}$$

L adalah batas logam berat dalam persen. Masukkan sejumlah zat yang telah ditimbang ke dalam krus yang sesuai, tambahkan asam sulfat P secukupnya untuk membasahi, dan pijarkan hati-hati pada suhu rendah hingga mengarang. Selama pemijaran krus tidak boleh ditutup rapat. Pada bagian yang telah mengarang, tambahkan 2 ml asam nitrat P dan 5 tetes asam sulfat P, panaskan hati-hati hingga asap putih tidak terbentuk lagi. Pijarkan, lebih baik dalam tanur, pada suhu 500-600°C, sampai arang habis terbakar. Dinginkan, tambahkan 4 ml asam klorida 6N, tutup, digesti di atas tangas uap selama 15 menit, buka dan uapkan perlahan-lahan di atas tangas uap hingga kering. Basahkan sisa dengan 1 tetes asam klorida P, tambahkan 10 ml air panas, dan digesti selama 2 menit. Tambahkan ammonium hidroksida 6N tetes demi tetes, hingga larutan bereaksi basa terhadap kertas lakmus, encerkan dengan air hingga 25 ml, dan atur pH antara 3-4 dengan asam asetat 1 N, menggunakan kertas indikator pH rentang pendek sebagai indikator eksternal. Saring jika perlu, bilas krus dan penyaring dengan 10 ml air. Kumpulkan filtrat dan air cucian dalam tabung pembanding warna 50 ml, encerkan dengan air hingga 40 ml, campur.

c. Prosedur

Ke dalam tiap tabung yang masing-masing bersisi larutan baku dan larutan uji, tambahkan 10 ml hidrogen sulfida LP yang dibuat segar, campur, diamkan selama 5 menit, dan amati permukaan dari atas dasar putih: warna yang terjadi pada larutan uji tidak lebih gelap dari larutan baku.

2.5.4 Metode IV

Masukkan sejumlah zat (tidak lebih dari 2 g) ke dalam krus silika dan 4 ml larutan magnesium sulfat P 25% dalam asam sulfat 2N. Aduk dengan batang pengaduk kaca kecil dan panaskan hati-hati. Jika campuran berbentuk cairan, uapkan perlahan-lahan di atas tangas air hingga kering. Pijarkan dengan cepat, suhu tidak lebih dari 800°C, dan lanjutkan pemanasan hingga sisa berwarna putih atau keabu-abuan. Biarkan dingin, basahkan sisa dengan 0,2 ml asam sulfat 2 N, uapkan. Pijarkan kembali dan biarkan dingin. Lama pemijaran tidak boleh lebih dari 2 jam. Larutkan sisa dalam 5 ml asam klorida 2 N tambahkan lagi 5 ml asam klorida 2 N, tambahkan 0,1 ml fenolftalein LP dan ammonium hidroksida 13 N tetes demi tetes hingga terjadi warna merah muda. Dinginkan, tambahkan asam asetat glasial P hingga larutan tidak berwarna, dan tambahkan lagi 0,5 ml. Saring jika perlu dan encerkan larutan dengan air hingga 20 ml.

Ke dalam 12 ml larutan di atas, tambahkan 2 ml dapar asetat pH 3,5, campur, tambahkan 1,2 ml tioasetamida LP, campur dan diamkan selama 2 menit. Warna coklat yang terjadi tidak lebih intensif dari campuran 2 ml larutan uji dan 10 ml dari 20 ml larutan yang diperoleh dengan mengulang prosedur menggunakan larutan baku timbal (10 µg Pb) sebagai pengganti zat uji.

2.5.5 Metode V

a. Larutan baku

Masukkan campuran 8 ml asam sulfat P dan 10 ml asam nitrat P ke dalam labu Kjeldahl 100 ml yang bersih dan kering, tambahkan sejumlah volume asam nitrat P yang sama dengan jumlah yang ditambahkan pada larutan uji. Panaskan larutan hingga terbentuk asap putih tebal, dinginkan, tambahkan dengan hati-hati 10 ml air; dan jika digunakan hidrogen peroksida pada pembuatan larutan uji, tambahkan sejumlah volume yang sama hidrogen peroksida P 30% yang

digunakan pada larutan uji, didihkan perlahan-lahan hingga terbentuk asap putih tebal. Dinginkan lagi, tambahkan hati-hati 5 ml air, campur, dan didihkan hati-hati hingga terbentuk asap putih tebal, hingga volume menjadi 2 ml sampai 3 ml. Dinginkan, encerkan hati-hati dengan beberapa ml air, tambahkan 2,0 ml larutan baku timbal ($20 \mu\text{g Pb}$), dan campur. Pindahkan ke dalam tabung pembanding warna 50 ml, bilas labu dengan air, tambahkan air bilasan ke dalam tabung sampai 25 ml, dan campur.

b. Larutan uji berbentuk padat

Masukkan sejumlah zat uji seperti yang tertera pada masing-masing monografi, ke dalam labu Kjeldahl 100 ml yang bersih dan kering. Jepit labu dengan sudut 45° , dan tambahkan campuran 8 ml asam sulfat P dan 10 ml asam nitrat P secukupnya untuk membasahi zat. Hangatkan perlahan-lahan hingga terjadi reaksi, biarkan reaksi mereda. Tambahkan sejumlah sama campuran asam, panaskan pada setiap penambahan, sampai jumlah campuran asam yang ditambahkan 18 ml. Dinginkan, tambahkan 2 ml asam nitrat P dan panaskan lagi hingga larutan menjadi gelap. Lanjutkan pemanasan, diikuti dengan penambahan asam nitrat P sampai tidak lagi gelap, kemudian panaskan kuat sampai terbentuk asap putih tebal. Dinginkan, tambahkan hati-hati 5 ml air, didihkan perlahan-lahan hingga terbentuk asap putih, dan lanjutkan pemanasan sampai volume berkurang hingga beberapa ml. Dinginkan, tambahkan dengan hati-hati 5 ml air, dan amati warna larutan. Jika berwarna kuning, tambahkan dengan hati-hati 1 ml hidrogen peroksida P 30%, dan uapkan lagi hingga terbentuk asap putih tebal dan volume menjadi 2 ml hingga 3 ml. Jika warna larutan masih kuning, ulangi penambahan 5 ml air dan peroksida seperti diatas. Dinginkan, encerkan hati-hati dengan beberapa ml air, pindahkan ke dalam tabung pembanding warna 50 ml, dan bilas, jaga kumpulan volume bilasan tidak lebih dari 25 ml.

c. Larutan uji berbentuk cair

Masukkan sejumlah zat uji seperti yang tertera pada masing-masing monografi, ke dalam labu Kjeldahl 100 ml yang bersih dan kering. Jepit labu pada sudut 45° , dan tambahkan dengan hati-hati beberapa ml campuran 8 ml asam sulfat P dan 10 ml asam nitrat P. Hangatkan perlahan-lahan hingga terjadi reaksi, biarkan reaksi mereda, Tambahkan sejumlah sama campuran asam, panaskan pada

setiap penambahan, sampai jumlah campuran asam yang ditambahkan 18 ml. Dinginkan, tambahkan 2 ml asam nitrat P dan panaskan lagi hingga larutan menjadi gelap. Lanjutkan pemanasan, diikuti dengan penambahan asam nitrat P sampai tidak lagi gelap, kemudian panaskan kuat sampai terbentuk asap putih tebal. Dinginkan, tambahkan hati-hati 5 ml air, didihkan perlahan-lahan hingga terbentuk asap putih, dan lanjutkan pemanasan sampai volume berkurang hingga beberapa ml. Dinginkan, tambahkan dengan hati-hati 5 ml air, dan amati warna larutan. Jika berwarna kuning, tambahkan dengan hati-hati 1 ml hidrogen peroksida P 30%, dan uapkan lagi hingga terbentuk asap putih tebal dan volume menjadi 2 ml hingga 3 ml. Jika warna larutan masih kuning, ulangi penambahan 5 ml air dan peroksida seperti diatas. Dinginkan, encerkan hati-hati dengan beberapa ml air, pindahkan ke dalam tabung pembanding warna 50 ml, dan bilas, jaga kumpulan volume bilasan tidak lebih dari 25 ml.

d. Prosedur

Perlakukan larutan uji dan larutan baku sebagai berikut: Atur pH larutan antara 3-4 menggunakan kertas indikator pH rentang pendek sebagai indikator eksternal, dengan ammonium hidroksida P (ammonia LP dapat digunakan, jika diinginkan, pada saat mendekati jarak pH yang ditetapkan), encerkan dengan air hingga 40 ml, dan campur.

Ke dalam tiap tabung tambahkan 10 ml hidrogen sulfida LP yang dibuat segar, campur, diamkan selama 5 menit, dan amati permukaan dari atas pada dasar putih: warna larutan uji tidak lebih gelap dari warna larutan baku.

2.5.6 Metode VI

Campur sejumlah zat uji dengan 500 mg magnesium oksida P dalam krus silika. Pijarkan di atas nyala api sampai terbentuk massa homogen berwarna putih atau putih keabu-abuan. Jika setelah 30 menit campuran masih berwarna, biarkan dingin, aduk dengan batang pengaduk kaca kecil dan ulangi pemijaran. Panaskan pada suhu 800°C selama lebih kurang 1 jam, larutkan sisa dalam 5 ml asam klorida 5N tambahkan lagi 5 ml asam klorida 5N dan tambahkan 0,1 ml fenolftalein LP dan ammonium hidroksida 13 N tetes demi tetes hingga terjadi warna merah muda. Dinginkan, tambahkan asam asetat glasial P hingga larutan tidak berwarna,

dan tambahkan lagi 0,5 ml. Saring jika perlu dan encerkan larutan dengan air hingga 20 ml.

Ke dalam 12 ml larutan di atas, tambahkan 2 ml dapar asetat Ph 3,5, campur, tambahkan 1,2 ml tioasetamida LP, campur dan diamkan selama 2 menit. Warna coklat yang terjadi tidak lebih intensif dari campuran 2 ml larutan uji dan 10 ml dari 20 ml larutan yang diperoleh dengan mengulang prosedur menggunakan larutan baku timbal ($10 \mu\text{g Pb}$) sebagai pengganti zat uji.

Buatkan baku dengan menambahkan sejumlah volume larutan baku timbal ($10 \mu\text{g Pb}$) pada 500 mg magnesium oksida P di dalam krus silika. Keringkan campuran di dalam oven pada suhu $100-105^{\circ}\text{C}$, pijarkan seperti di atas, larutkan sisa dalam 5 ml asam klorida 5 N tambahkan lagi 5 ml asam klorida 5N dan tambahkan 0,1 ml fenolftalein LP dan ammonium hidroksida 13 N tetes demi tetes hingga terjadi warna merah muda. Dinginkan, tambahkan asam asetat glasial P hingga larutan tidak berwarna, dan tambahkan lagi 0,5 ml. Saring jika perlu dan encerkan larutan dengan air hingga 20 ml.

Ke dalam 12 ml larutan di atas, tambahkan 2 ml dapar asetat Ph 3,5, campur, tambahkan 1,2 ml tioasetamida LP, campur dan diamkan selama 2 menit. Warna coklat yang terjadi tidak lebih intensif dari campuran 2 ml larutan uji dan 10 ml dari 20 ml larutan yang diperoleh dengan mengulang prosedur menggunakan larutan baku timbal ($10 \mu\text{g Pb}$) sebagai pengganti zat uji.

2.6 Preparasi sampel untuk analisis secara spektrofotometri serapan atom

Analisis dengan metode spektrofotometri UV-VIS dan spektrofotometri serapan atom untuk unsur-unsur logam dalam sampel dapat dilakukan asalkan zat uji yang akan dianalisis dilarutkan terlebih dahulu (biasanya dalam air). Banyak jenis zat uji yang tidak atau sulit untuk dilarutkan langsung dengan air, terutama zat uji yang berbentuk padat, minyak lemak, dan minyak menguap. Oleh karena itu diperlukan persiapan terlebih dahulu sebelum analisis. Tahapan destruksi merupakan salah satu preparasi sampel sebelum melakukan analisis kimia. Tahap ini dianggap paling sulit dan paling menentukan. Dalam proses destruksi ini bahan (matriks) organik dalam sampel biologi dioksidasi menjadi karbon dioksida dan air sehingga meninggalkan residu anorganik yang mengandung unsur-unsur yang

akan dianalisis (Jeffrey, G H., Basset, J., Mendham, J., Denney, RC Sumardi, 1994).

Cara yang umum digunakan untuk menghilangkan senyawa organik tersebut adalah oksidasi yang meliputi:

1. Cara oksidasi kering (*dry ashing* atau *dry digestion*). Pada cara ini, oksidasi sampel dilakukan pada suhu yang tinggi (mencapai 550°C atau lebih) dengan oksigen murni atau oksigen dari udara sebagai oksidatornya. Proses yang terjadi dalam *dry ashing* ini meliputi penguapan air (100°C atau lebih), penguapan zat-zat yang mudah menguap sebagai produk reaksi *thermal cracking* dan oksidasi parsial ($150\text{-}300^{\circ}\text{C}$ atau lebih), dan oksidasi terhadap residu/zat-zat yang sukar menguap sampai seluruh bahan organik habis (McClements, 2003)
2. Cara oksidasi basah (*wet ashing*), dimana oksidasi dilakukan pada suhu yang lebih rendah ($100\text{-}200^{\circ}\text{C}$) dengan asam-asam pengoksidasi kuat sebagai oksidatornya seperti asam sulfat, asam nitrat, asam perklorat, dan asam fluorida. Pemanasan dilanjutkan sampai bahan organik terdigesti sempurna dan hanya menyisakan mineral oksida di dalam larutan (McClements, 2003).

2.7 Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

Spektrofotometri serapan Atom (SSA) merupakan analisis spektroskopi untuk penentuan kadar unsur-unsur logam dengan konsentrasi yang rendah (ppm/ppb) dalam suatu sampel. Tiap-tiap logam mempunyai panjang gelombang maksimum yang berbeda-beda dan khas, sehingga diperlukan berbagai jenis lampu *hollow cathode* sebagai sumber radiasi (Khopkar, S. M, 1990).

Prinsip pemeriksaannya adalah larutan sampel melalui suatu nyala diubah menjadi uap atom oleh lampu *hollow cathode*. Beberapa diantara atom akan tetap tinggal sebagai atom bebas dalam keadaan dasar (*ground state*). Atom-atom *ground state* ini kemudian akan menyerap radiasi yang diberikan sumber radiasi. Panjang gelombang yang dihasilkan oleh atom dalam nyala. Absorpsi ini

mengikuti hukum Lambert Beer, yaitu absorpsi berbanding lurus dengan konsentrasi analit sampel (Khopkar, S. M, 1990).

Teknik ini mempunyai beberapa kelebihan dibandingkan metode spektroskopi emisi konvensional. Metode serapan sangatlah spesifik. Logam-logam yang membentuk campuran kompleks dapat dianalisis dan selain itu tidak selalu diperlukan sumber energi yang besar (Khopkar, S. M, 1990).

Teknik analisis SSA berdasarkan pada penguraian molekul menjadi atom (atomisasi) dengan energi dari api atau arus listrik. Atom-atom mengalami transisi bila menyerap energi. Sebagian besar atom akan berada pada *ground state*, dan sebagian kecil (tergantung suhu) yang tereksitasi akan memancarkan cahaya dengan panjang gelombang yang khas untuk atom tersebut ketika kembali ke *ground state*. Detektor akan mendeteksi energi terpancar tersebut (Harmita, 2006).

Suhu yang dicapai dengan api tergantung dari campuran gas yang dipakai, 2450° K jika menggunakan campuran udara-asetilen (C_2H_2) dan 3200° K jika digunakan campuran $N_2O-C_2H_2$. Bahan yang dibakar dimasukkan ke dalam api dalam bentuk tetesan-tetesan kecil yang uniform dengan suatu *nebulizer*. Cara ini kurang efisien sebab banyak bahan yang tidak teratomisasi, tidak mencapai api karena tetesannya terlalu besar atau hanya sebentar di jalan cahaya. Pembakaran dengan listrik (*graphite furnace*) menghasilkan suhu yang lebih tinggi, hingga 6000° K dan lebih efisien dalam pemakaian bahan (Harmita, 2006).

2.7.1 Hukum Dasar SSA

SSA merupakan suatu metode analisis untuk penentuan unsur-unsur logam dan metaloid berdasarkan absorpsi radiasi oleh atom-atom netral dari logam tersebut dalam keadaan gas. Penyerapan energi ini berlangsung pada panjang gelombang yang khas bagi tiap atom logam. Interaksi radiasi dengan atom yang mengabsorpsi radiasi tersebut dinyatakan dengan Lambert-Beer (Basset, Denny, Jeffrey, & Mendham, 1994).

Hukum Lambert menyatakan bila cahaya monokromatik melewati medium tembus cahaya, maka intensitas sinar yang diteruskan berkurang dengan bertambahnya ketebalan medium yang mengabsorpsi, berbanding lurus dengan

intensitas cahaya. Sedangkan hukum Beer menyatakan bahwa intensitas cahaya monokromatik berkurang secara eksponensial dengan bertambahnya konsentrasi zat penyerap secara linier (Basset, Denny, Jeffry, & Mendham, 1994).

$$A = \log P_0/P = a \cdot b \cdot c$$

dimana,

A = serapan (absorbansi)

P_0 = intensitas sinar yang masuk

P = intensitas sinar yang keluar

a = absorptivitas

b = tebal medium

c = konsentrasi larutan

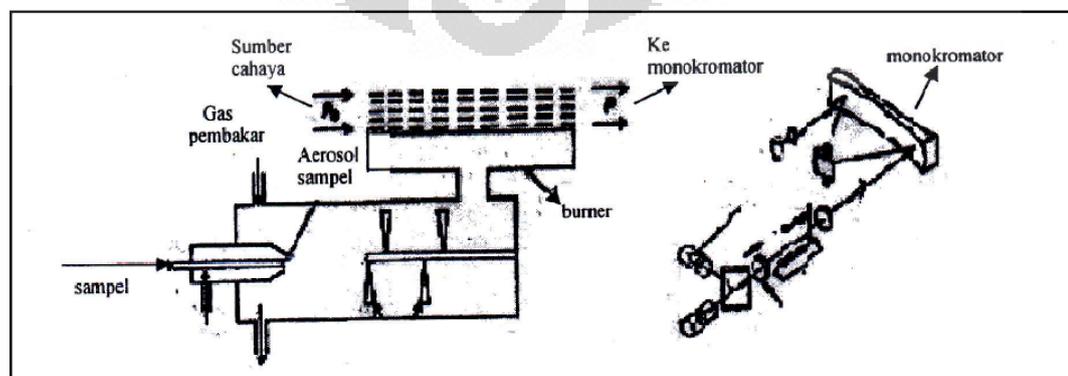
Inilah persamaan yang fundamental dari spektrofotometri dan sering disebut hukum Lambert-Beer. Nilai a tergantung pada cara menyatakan konsentrasi, jika c menyatakan dalam mol perliter dan b dalam sentimeter, maka a diberi lambang E dan disebut absorpsi molar dan absorpsivita molar (Basset, Denny, Jeffry, & Mendham, 1994).

2.7.2 Instrumentasi

Terdiri dari :

a. Spektrofotometer

Alat Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) atau *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS) dapat dilihat pada Gambar 4 :



Gambar 5. Skema alat spektrofotometri serapan atom (Harmita, 2006)

Keterangan:

a) Monokromator:

Monokromator dimaksudkan untuk memisahkan dan memilih panjang gelombang yang digunakan dalam analisis. Di samping sistem optik, dalam monokromator juga terdapat suatu alat yang digunakan untuk memisahkan radiasi resonansi dan kontinyu yang disebut *chopper* (Khopkar, S. M, 1990).

b) Detektor:

Suatu alat yang mengubah energi radiasi menjadi arus listrik yang cocok untuk diamati serta digunakan untuk mengukur intensitas cahaya yang melalui tempat pengamatan. Arus listrik ini diperkuat dan diproses oleh alat elektronik untuk menghasilkan sinyal dan diproses lebih lanjut sehingga dapat diketahui konsentrasi sampel analit (Basset, Denny, Jeffry, & Mendham, 1994).

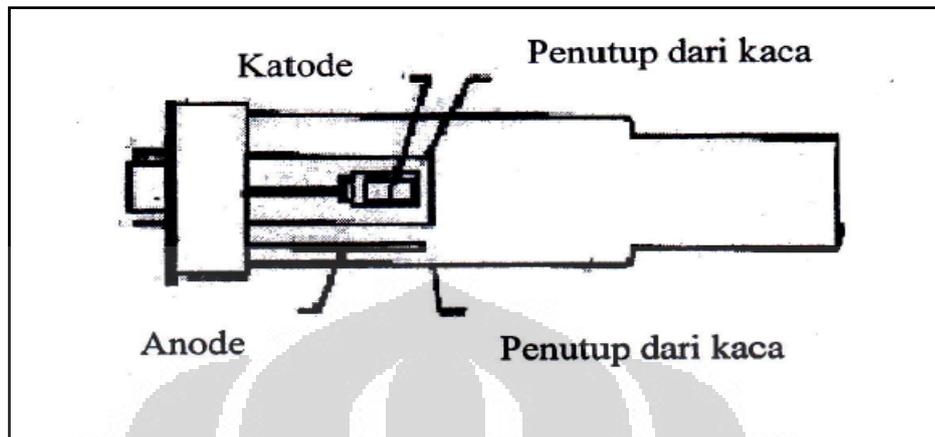
c) Rekorder:

Sistem yang dapat menunjukkan besarnya syarat aliran listrik. Pencatatan hasil dilakukan dengan suatu alat yang telah dikalibrasi untuk pembacaan suatu transmisi atau absorpsi. Hasil pembacaan dapat berupa angka atau berupa kurva dari suatu rekorder yang menggambarkan absorpsi atau intensitas emisi (Basset, Denny, Jeffry, & Mendham, 1994 ; Harmita, 2006).

b. Sumber cahaya

Sumber cahaya yang paling populer adalah *hollow cathode lamp* (HC Lamp). HC Lamp ini terbuat dari kaca yang berbentuk silinder. Anoda terbuat dari tungsten. Bagian lampu mengandung gas inert, argon atau neon dibawah kondisi vakum (100-200 Pa). Voltase yang biasa diterapkan diantara elektrode berkisar 300 V, dengan 1-50mA. Inert gas akan terionisasi dan aliran ion positif dari gas akan dipercepat menuju katoda. Energi-energi yang berbenturan cukup untuk menyebabkan beberapa atom dalam katoda berubah menjadi atom-atom gas yang dihasilkan oleh suatu proses yang disebut *sputtering*. Atom ini selanjutnya akan tereksitasi karena adanya tabrakan dengan elektron dan ion yang kemudian akan memancarkan panjang gelombang spesifiknya. Beberapa HC Lamp terdiri dari

multi elemen, katodanya mengandung beberapa logam (Vandecateele & Block, n.d.)



Gambar 6. Lampu hollow katode (HC Lamp) (Harmita,2006)

c. Alat atomisasi (*atomizer unit*)

Atomizer adalah tempat dimana analit teratomisasi, berupa nyala, tabung *graphite*, atau tabung *quartz*. Unit *atomizer* sebagai tambahan *atomizer*, semua pemasangan diperlukan untuk operasi, sebagai contoh pembakar dengan *nebulizer* dan gas pensuplai, atau *graphite furnace* dengan *power supply*. Bagian *atomizer* yang melewati pengukur sinar radiasi dihubungkan dengan volume absorpsi dan volume observasi.

Fungsi *atomizer unit* adalah menghasilkan sebanyak mungkin atom bebas pada *ground state* dan mempertahankan volume absorpsi selama mungkin. Distribusi atom harus sebisa mungkin homogen dalam volume absorpsi agar sesuai dengan kebutuhan hukum Lambert-Beer. Jalannya atomisasi, seperti transfer sampel, khususnya analit, ke dalam bentuk atom bebas pada fase gas, adalah proses yang penting dalam analisis dengan SSA. Keberhasilan atau kegagalan pemisahan tergantung pada cara atomisasi. Sensitivitas pemisahan berkaitan langsung dengan derajat atomisasi dan waktu tinggal analit atom pada volume absorpsi. Akhirnya, gangguan yang tidak dikenal pada SSA tidak hanya mempengaruhi jumlah analit atom yang dihasilkan, juga secara absolut persatuan waktu, atau distribusi ruangnya dalam *atomizer* (Khopkar, S. M, 1990).

Kriteria yang paling penting dalam pemilihan *atomizer* yang sesuai untuk analisis ditentukan dengan konsentrasi analit dalam sampel analisis, jumlah analit yang ada, dan bentuk sampel (padat, larutan). Teknik *furnace* memperlihatkan sensitivitas yang lebih baik dari nyala. Kriteria penting lainnya adalah sifat analit itu sendiri, pertimbangan *atomizer* bermacam-macam pada kesesuaiannya untuk mengatomisasi analit secara individual sebagai hasil temperatur dan reaksi kimia pada berbagai tipe *atomizer* (Broekaert, 2002).

2.7.3 Jenis-Jenis Gangguan pada Analisis SSA

a. Gangguan spektra

Gangguan spektra terjadi bila panjang gelombang dari unsur yang diperiksa berimpit dengan panjang gelombang dari atom atau molekul lain yang terdapat dalam larutan yang diperiksa. Gangguan karena berimpitnya panjang gelombang atom umum dijumpai pada FES (*flame emission spectrometry*), sedangkan pada SSA gangguan ini hampir tidak ada karena digunakan sumber cahaya yang spesifik untuk unsur yang bersangkutan. Efek dari emisi nyala SSA dapat dicegah dengan mengubah atau memodifikasi sumber cahaya. (Harmita, 2006).

b. Gangguan fisika

Sifat fisika dari larutan yang diperiksa akan menentukan intensitas dari resapan atau emisi dari larutan zat yang diperiksa. Kekentalan mempengaruhi laju penyemprotan ke dalam nyala dan ketegangan muka, bobot jenis, kekentalan serta kecepatan gas menentukan besar butir tetesan. Oleh karena itu sifat-sifat fisika dari zat yang diperiksa dan larutan pembanding harus sama (Harmita, 2006).

c. Gangguan kimia

1 Bentuk uap

Gangguan kimia biasanya terjadi karena memperkecil populasi atom pada level energi terendah. Pada nyala, atom dalam bentuk uap dapat berkurang karena terbentuknya senyawa oksida atau klorida, atau karena terbentuknya ion. Gangguan ini dapat dikurangi dengan menggunakan nyala yang cocok atau dengan menambahkan unsur yang lebih mudah terionisasi dalam jumlah berlebihan (Harmita, 2006).

2 Bentuk padat

Gangguan ini disebabkan karena terbentuknya senyawa yang sukar menguap atau sukar terdisosiasi dalam nyala. Hal ini terjadi pada nyala ketika pelarut menguap meninggalkan partikel-partikel padat. Efek dari gangguan ini dapat ditetapkan dengan mengukur emisi atau resapan dari satu seri larutan sampel dengan zat pengganggu dengan konsentrasi yang berbeda-beda (Harmita, 2006).

2.8 Validasi Metode Analisis

Validasi metode analisis adalah suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan laboratorium, untuk menentukan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya.

1. Kecermatan atau akurasi

Kecermatan adalah kedekatan hasil penetapan yang diperoleh dengan hasil yang sebenarnya. Kecermatan dinyatakan sebagai hasil perolehan kembali dari analit yang ditambahkan.

Cara penentuan kecermatan/akurasi :

- a. Cara absolut
- b. Cara adisi

Rentang kesalahan yang diizinkan pada setiap konsentrasi analit pada matriks berbeda-beda dipengaruhi oleh jumlah analit pada matriks sampel. Hal ini selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 2.1 (Harmita, 2004).

2. Keseksamaan (*Precision*)

Keseksamaan adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen. Kriteria seksama diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif atau koefisien variasi 2% atau kurang (Harmita, 2004).

Dari penelitian dijumpai bahwa koefisien variasi meningkat dengan menurunnya kadar analit yang dianalisis. Ditemukan bahwa koefisien variasi

meningkat seiring dengan menurunnya konsentrasi analit. Pada kadar 1% atau lebih, standar deviasi relatif antara laboratorium adalah sekitar 2,5% ada satu per seribu adalah 5%. Pada kadar satu per sejuta (ppm) RSDnya adalah 16% dan pada kadar part per bilion (ppb) adalah 32%. Pada metode yang sangat kritis diterima bahwa RSD harus lebih dari 2% (Harmita, 2004).

3. Selektivitas (*Spesifitas*)

Selektivitas atau spesifisitas suatu metode adalah kemampuan yang hanya mengukur zat tertentu saja secara cermat dan seksama dengan adanya komponen lain yang mungkin ada dalam matriks sampel. Selektivitas seringkali dapat dinyatakan sebagai derajat penyimpangan (*degree of bias*) metode yang dilakukan terhadap sampel yang mengandung bahan yang ditambahkan berupa cemaran, hasil urai, senyawa sejenis, senyawa asing lainnya, dan dibandingkan dengan terhadap hasil analisis sampel yang tidak mengandung bahan lain yang ditambahkan (Harmita, 2006).

4. Linearitas dan rentang

Linearitas adalah kemampuan metode analisis yang memberikan respon yang secara langsung atau dengan bantuan transformasi matematika yang baik, proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Rentang metode adalah pernyataan batas terendah dan tertinggi analit yang sudah ditunjukkan dapat ditetapkan dengan kecermatan, keseksamaan, dan linieritas yang diterima (Harmita, 2006).

Sebagai parameter adanya hubungan linier digunakan koefisien korelasi r pada analisis regresi linier $y = a + bx$. Hubungan linier yang ideal dicapai jika nilai $b = 0$ dan $r = +1$ atau -1 bergantung pada arah garis. Sedangkan nilai a menunjukkan kepekaan analisis terutama instrumen yang digunakan. Parameter lain yang harus digunakan adalah simpangan baku residual (S_y). Dengan menggunakan kalkulator atau perangkat lunak komputer, semua perhitungan matematika tersebut dapat diukur (Harmita, 2006).

5. Batas deteksi dan batas kuantitas

Batas deteksi adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blanko. Batas kuantisasi merupakan parameter pada analisis renik dan diartikan sebagai kuantiasi terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama. Batas deteksi dan kuantisasi dapat dihitung secara statistik melalui garis regresi linier dari kurva kalibrasi (Harmita, 2006).

6. Ketangguhan metode (*Ruggedness*)

Ketangguhan metode adalah derajat ketertiruan hasil uji yang diperoleh dari analisis sampel yang sama dalam berbagai kondisi uji normal, seperti laboratorium, analisis, instrumen, bahan pereaksi, suhu, hari yang berbeda, dan lain-lain. Ketangguhan biasanya dinyatakan sebagai tidak adanya pengaruh perbedaan operasi atau lingkungan kerja pada hasil uji. Ketangguhan metode merupakan ukuran ketertiruan pada kondisi optimasi normal antar lab dan antar analisis (Harmita, 2006).

7. Kekuatan (*Robustness*)

Untuk memvalidasi kekuatan suatu metode perlu dibuat suatu perubahan metodologi yang kecil dan terus menerus dan mengevaluasi respon analitik dan efek pada presisi dan akurasi (Harmita, 2006).

BAB 3 METODE PENELITIAN

3.1 Bahan

3.1.1 Bahan Kimia

Bahan kimia yang digunakan adalah larutan standar timbal (II) nitrat ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$) (Merck), larutan standar tembaga(II) nitrat ($\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$) (Merck), asam nitrat pekat (HNO_3 65%) (Merck), asam perklorat pekat (HClO_4 60%) (Merck), Aseton (Merck), dan aquadest bebas mineral (CV. Bening Rezeki).

3.1.2 Bahan Uji

Bahan uji yang digunakan adalah pewarna rambut dengan warna hitam terdiri dari pewarna rambut merek A (Henna[®]) dan pewarna rambut merek B (L'oréal[®]), dan sampel rambut pemakai pewarna rambut merek A dan B masing-masing terdiri dari dua sampel rambut. Sampel rambut yang menggunakan pewarna rambut merek A ditandai dengan A dan B. Sampel rambut yang menggunakan pewarna rambut merek B ditandai dengan I dan II.

3.2 Alat

Alat yang digunakan adalah spektrofotometer serapan atom (Shimadzu AA-6300) yang dilengkapi dengan lampu *hollow cathode* timbal dan tembaga, oven, timbangan analitik, mikro pipet, lempeng pemanas (*hot plate*), kertas saring Whatman no.41, dan alat-alat gelas.

3.3 Cara Kerja

3.3.1 Pembuatan Larutan Standar

3.3.1.1 Pembuatan larutan standar timbal

Dari larutan timbal 1020 ppm, dipipet 5,0 mL ke dalam labu ukur 100,0 mL dan ditambahkan aquadest bebas mineral sampai volume tanda batas sehingga diperoleh konsentrasi larutan 51,0 ppm. Dari larutan 51,0 ppm dipipet 10,0 ml ke dalam labu ukur 100,0 mL dan ditambahkan aquadest bebas mineral sampai volume tanda batas sehingga diperoleh konsentrasi larutan 5,10 ppm.

Kemudian dari larutan 5,10 ppm dipipet masing-masing 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; dan 10,0 mL ke dalam labu ukur 100,0 mL dan ditambahkan aquadest bebas mineral sampai volume tanda batas sehingga diperoleh konsentrasi larutan 51,0; 102,0; 204,0; 306,0; 408,0; dan 510 ppb.

3.3.1.2 Pembuatan larutan standar tembaga

Dari larutan standar tembaga 1014 ppm, dipipet 5,0 mL ke dalam labu ukur 100,0 mL dan ditambahkan aquadest bebas mineral sampai volume tanda batas sehingga diperoleh konsentrasi larutan 50,70 ppm. Dari larutan 50,07 ppm dipipet 10,0 ml ke dalam labu ukur 100,0 mL dan ditambahkan aquadest bebas mineral sampai volume tanda batas sehingga diperoleh konsentrasi larutan 5,07 ppm.

Dari larutan 50,07 ppm dipipet masing-masing 0,5; 3,0; 5,0; 7,0; 9,0; dan 12,0 mL ke dalam labu ukur 100,0 mL dan ditambahkan aquadest bebas mineral sampai volume tanda batas sehingga diperoleh konsentrasi larutan 25,35; 152,1; 253,5; 354,9; 456,3; dan 608,4 ppb.

3.3.2 Validasi metode analisis

3.3.2.1 Pembuatan kurva kalibrasi dan pengujian linearitas

Dibuat larutan standar tembaga (25,35; 152,1; 253,5; 354,9; 456,3; dan 608,4 ppb) dan timbal (51,0; 102,0; 204,0; 306,0; 408,0; dan 510 ppb). Masing-masing diukur dengan menggunakan spektrofotometri serapan atom. Data serapan yang didapat di plot ke dalam sebuah kurva kalibrasi. Setelah itu dihitung faktor-faktor kelinearan garis, yaitu r dan V_{x0} . Cara perhitungan selengkapnya dapat dilihat pada lampiran 1.

3.3.2.2 Penentuan batas deteksi (LOD) dan batas kuantisasi (LOQ)

Batas deteksi (LOD) dan batas kuantisasi (LOQ) dapat dihitung dengan metode statistik dari hasil kurva kalibrasi yang didapat. Rumus untuk perhitungannya adalah sebagai berikut :

$$\text{LOD} = \frac{3 S \frac{y}{x}}{b}$$

$$\text{LOQ} = \frac{10 S \frac{y}{x}}{b}$$

Cara perhitungan selengkapnya dapat dilihat pada lampiran 2 (Harmita, 2006).

3.3.2.3 Uji presisi dan akurasi

Cara kerja uji presisi dan uji akurasi dapat dilakukan melalui cara kerja yang sama. Hasil yang diperoleh dapat digunakan untuk menghitung presisi dan akurasi. Akurasi dinyatakan dengan uji perolehan kembali (UPK). Cara perolehan kembali yang digunakan adalah metode adisi. Presisi dapat diketahui dengan menghitung koefisien variasi (KV). Cara perhitungan selengkapnya dapat dilihat pada lampiran 3 dan 4. Rumus untuk perhitungannya adalah sebagai berikut :

$$UPK = \frac{C_2 - C_1}{s} \times 100\%$$

Keterangan :

C1 = kadar sampel pada bagian yang tidak ditambah standar

C2 = kadar sampel pada bagian yang ditambah standar

s = kadar standar yang ditambahkan

(Jeffrey, Basset, Mendham, Denney, 1989)

Pada uji perolehan kembali timbal, larutan yang akan diuji dibagi menjadi tiga kelompok. Timbang ± 1 gram sampel dalam gelas piala dan tambahkan 2,5 mL HNO₃ 65%. Kemudian, tambahkan dengan standar sehingga diperoleh konsentrasi akhir 51,0; 306,0; dan 510,0 ppb. Larutan kelompok pertama ditambahkan 50 μ L dari larutan standar 10,2 ppm. Larutan kelompok kedua ditambahkan 300 μ L dari larutan standar 10,2 ppm. Larutan kelompok ketiga ditambahkan 500 μ L dari larutan standar 10,2 ppm. Kemudian, lakukan destruksi menggunakan *hot plate* sampai larutan hampir kering. Tambahkan 1,0 ml asam perklorat 60%, panaskan kembali sampai hampir kering. Kemudian tambahkan kembali dengan asam nitrat 65% sebanyak 5,0 ml, panaskan kembali sampai larutan tersisa ± 2 ml. Dinginkan dan pindahkan ke dalam labu ukur 10,0 mL. Kemudian, tambahkan aquadest bebas mineral sampai volume tanda batas. Saring larutan dan pindahkan ke dalam botol vial. Dibuat enam kali ulangan untuk masing-masing kelompok. Masing-masing larutan diukur dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom. Kemudian serapannya dicatat.

Pada uji perolehan kembali tembaga, larutan yang akan diuji dibagi menjadi tiga kelompok. Timbang ± 1 gram sampel dalam gelas piala dan tambahkan 2,5 mL asam nitrat 65%. Kemudian, tambahkan dengan standar sehingga diperoleh konsentrasi akhir 25,35; 354,9,0; dan 608,4 ppb. Larutan kelompok pertama ditambahkan 25 μ L dari larutan standar 10,14 ppm. Larutan kelompok kedua ditambahkan 350 μ L dari larutan standar 10,14 ppm. Larutan kelompok ketiga ditambahkan 600 μ L dari larutan standar 10,14 ppm. Kemudian, lakukan destruksi menggunakan *hot plate* sampai larutan hampir kering. Tambahkan 1,0 ml asam perklorat 60%, panaskan kembali sampai hampir kering. Kemudian tambahkan kembali dengan asam nitrat 65% sebanyak 5,0 ml, panaskan kembali sampai larutan tersisa ± 2 ml. Dinginkan dan pindahkan ke dalam labu ukur 10,0 mL. Kemudian, tambahkan aquadest bebas mineral sampai volume tanda batas. Saring larutan dan pindahkan ke dalam botol vial. Dibuat enam kali ulangan untuk masing-masing kelompok. Masing-masing larutan diukur dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom. Kemudian serapannya dicatat.

3.3.3 Penyiapan Sampel

3.3.3.1 Metode Pengambilan Sampel

Sampel pada penelitian ini adalah pewarna rambut dan rambut kepala yang diambil dari pengguna pewarna rambut yang diuji.

Pewarna rambut yang digunakan dalam penelitian merupakan pewarna rambut yang menghasilkan warna hitam bila di aplikasikan ke rambut. Kemudian sebanyak sepuluh merek pewarna rambut yang tersedia di beberapa salon diidentifikasi terlebih dahulu ada tidaknya logam timbal dan tembaga. Setelah diidentifikasi sepuluh merek pewarna rambut tersebut maka diperoleh dua merek pewarna rambut yang mengandung logam timbal dan tembaga. Pewarna rambut yang diteliti terdiri dari dua merek pewarna rambut yang dibedakan menjadi pewarna rambut merek A dan pewarna rambut merek B. Sampel pewarna rambut diperoleh dari pusat pertokoan kota Depok. Merek pewarna rambut yang digunakan dibedakan berdasarkan harga dan bentuk sediaan. Pewarna rambut merek A berbentuk sediaan serbuk dan harganya lebih murah di bandingkan

pewarna rambut merek B. Sedangkan pewarna rambut merek B berbentuk sediaan krim dengan harga yang relatif mahal.

Teknik pengambilan sampel rambut pada penelitian ini adalah secara acak. Caranya, dari tiap orang yang menggunakan pewarna rambut merek A dan B diambil cuplikan rambut sekitar 0,5-2,0 g. Rambut di gunting dan dimasukkan ke dalam kantong plastik kecil dan di beri kode/label. Sampel rambut yang digunakan dalam penelitian ini terdiri dari 5 sampel. Dua sampel rambut pemakai pewarna rambut A yang terdiri satu sampel rambut pria dan satu sampel rambut wanita, dua sampel rambut pemakai pewarna rambut B yang terdiri dari satu sampel rambut pria dan satu sampel rambut wanita, dan satu sampel rambut wanita yang tidak memakai pewarna rambut merek A dan B sebagai kontrol negatif. Umumnya relawan yang diambil sampel rambutnya telah memakai pewarna rambut berulang-ulang dan proses pewarnaannya dilakukan di salon.

3.3.3.2 Destruksi sampel pewarna rambut

Sampel pewarna rambut ditimbang $\pm 1,0$ g, masukkan ke dalam gelas piala kemudian di destruksi dengan asam nitrat 65% 2,5 ml, dipanaskan di *hot plate* pada suhu 100°C sampai hampir kering. Kemudian tambahkan asam perklorat 60% 1,0 ml dan panaskan sampai hampir kering, lalu tambahkan asam nitrat 65% 5,0 ml. Panaskan kembali sampai tersisa 2 ml larutan (Kamal, Zainul., Yazid, M., Supriyanto, C., 2005). Dinginkan dan pindahkan ke dalam labu ukur 10,0 ml. Kemudian, tambahkan aquadest bebas mineral sampai volume tanda batas. Saring larutan dan pindahkan ke dalam botol vial. Dibuat triplo untuk masing-masing sampel pewarna rambut.

3.3.3.2 Pengeringan Rambut

Cawan kosong yang akan digunakan untuk mengeringkan sampel dimasukkan ke dalam oven pada suhu 105°C selama 2 jam. Cawan kosong dipindahkan ke dalam desikator selama 30 menit menggunakan batang penjepit hingga mencapai suhu ruang. Cawan penguap diletakkan di atas timbangan analitik kemudian timbangan analitik dinolkan.

Sampel rambut dicuci dengan 10,0 ml aseton diikuti tiga kali pembilasan dengan aquadest bebas mineral, lakukan sebanyak dua kali. Pada tiap tahap pencucian tersebut, sampel dikocok selama 15 menit. Keringkan pada suhu kamar selama 3 hari. Setelah kering, sampel rambut direndam kembali dengan aseton sebanyak 10,0 ml sambil dikocok selama 15 menit kemudian dibilas dengan aqua bebas mineral. Keringkan di oven suhu 50°C selama 3 jam dan dipotong kecil-kecil ± 1 mm (Suswati, E., Sumantri., & Kamal, Z, 2003).

3.3.3.3 Destruksi sampel rambut

Timbang sampel rambut sebesar 0,4-0,5 g dalam gelas piala. Kemudian ditambahkan 1,0 ml asam nitrat 65%. Panaskan di atas *hot plate* pada suhu 100°C sampai hampir kering, Kemudian ditambahkan 0,5 ml asam perklorat 60% kemudian dipanaskan lagi sampai hampir kering (Kamal, Zainul., Yazid, M, 2006). Dinginkan dan pindahkan ke dalam labu ukur 10,0 ml. Kemudian tambahkan aquadest bebas mineral sampai volume tanda batas. Saring larutan dan pindahkan ke dalam botol vial. Dibuat triplo untuk masing-masing sampel rambut.

3.3.4 Penentuan kadar timbal dan tembaga dalam sampel

a. Timbal

Pengukuran sampel dilakukan setelah didapatkan kurva kalibrasi dari larutan standar 51,0; 102,0; 204,0; 306,0; 408,0; dan 510 ppb. Pengukuran sampel menggunakan spektrofotometer serapan atom.

Panjang gelombang : 283.3 nm
 Gas pembakar : Asetilen, dengan kecepatan aliran 2,0 liter/menit
 Oksidan : Udara, dengan kecepatan aliran 15,0 liter/menit
 Tinggi burner : 7 mm

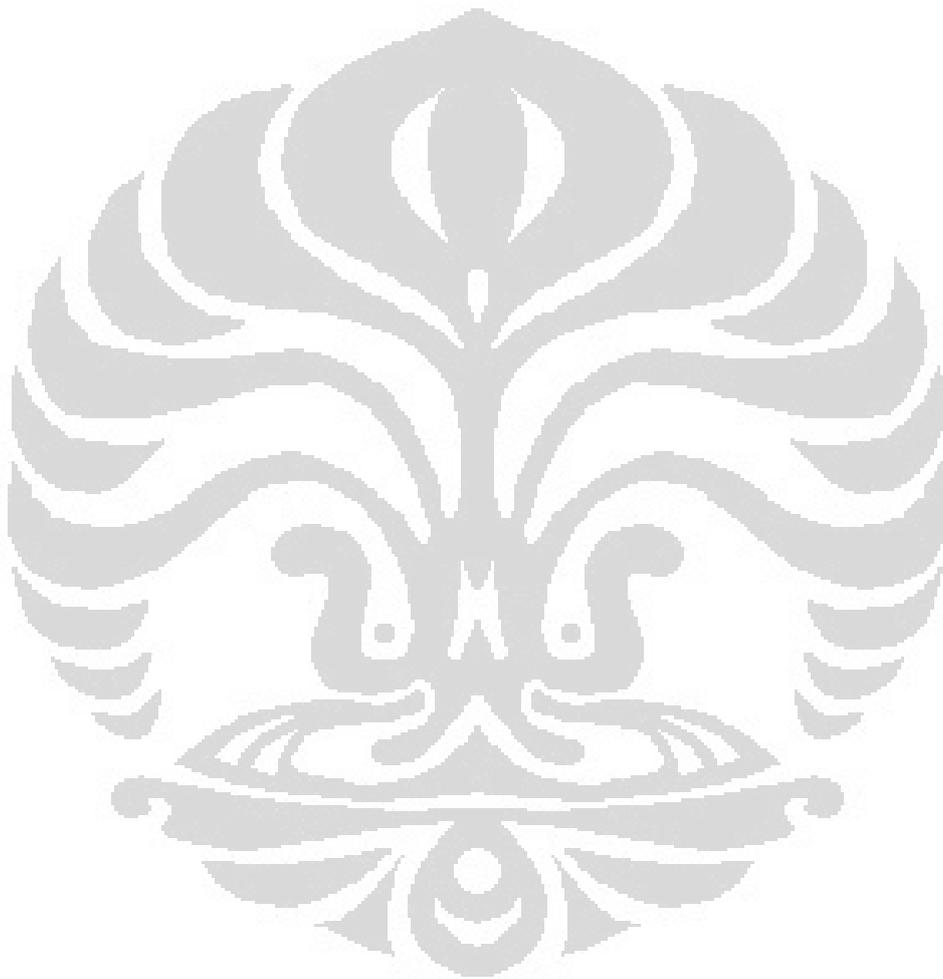
(sumber: Harmita, 2006)

b. Tembaga

Pengukuran sampel dilakukan setelah didapatkan kurva kalibrasi dari larutan standar 25,35; 152,1; 253,5; 354,9; 456,3; dan 608,4 ppb. Pengukuran sampel menggunakan spektrofotometer serapan atom.

Panjang gelombang : 324.7 nm
Gas pembakar : Asetilen, dengan kecepatan aliran 1,8 liter/menit
Oksidan : Udara, dengan kecepatan aliran 15,0 liter/menit
Tinggi burner : 7 mm

(sumber: Harmita, 2006)



BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk menganalisis kadar timbal dan tembaga dalam pewarna rambut dan rambut pemakainya. Pemilihan metode spektrofotometri serapan atom (SSA) dalam menganalisis timbal dan tembaga dalam sampel adalah karena metode ini dapat digunakan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif unsur-unsur logam dalam kadar kecil. Ada beberapa kelebihan dari metode SSA ini dibandingkan dengan spektrofotometer biasa yaitu spesifik, batas deteksi yang rendah dari larutan yang sama bisa mengukur unsur-unsur yang berlainan, pengukurannya langsung terhadap contoh, output dapat langsung dibaca, dan batas kadar penentuannya luas.

4.1 Pembuatan Larutan standar

Dilakukan pengenceran menggunakan aquadest bebas mineral terhadap larutan standar timbal 1020 ppm sehingga diperoleh tingkatan konsentrasi 51,0; 102,0; 204,0; 306,0; 408,0; dan 510,0 ppb. Dilakukan pengenceran menggunakan aquadest bebas mineral terhadap larutan standar tembaga 1014 ppm sehingga diperoleh tingkatan konsentrasi 25,35; 152,10; 253,50; 354,90; 456,30; dan 608,40 ppb.

Rentang konsentrasi dalam pembuatan kurva kalibrasi disesuaikan sedemikian rupa sehingga konsentrasi logam dalam sampel yang diteliti berada dalam rentang tersebut. Larutan standar yang digunakan dalam kurva kalibrasi dan validasi metode menggunakan larutan induk 1000 ppm. Seluruh proses pembuatan larutan standar dilakukan dengan hati-hati karena timbal dan tembaga tergolong logam berat yang berbahaya bagi tubuh manusia. Diperlukan ketelitian yang cukup tinggi dalam hal pengenceran larutan standar karena konsentrasi yang diinginkan cukup kecil dalam analit yaitu ppb (*part per billion*). Kurang teliti dalam membuat larutan standar akan mempengaruhi serapan yang dihasilkan.

4.2 Validasi metode analisis

4.2.1 Pembuatan kurva kalibrasi dan pengujian linearitas

Data serapan yang didapat untuk masing-masing logam kemudian diplot ke dalam sebuah kurva kalibrasi. Persamaan garis linier yang diperoleh untuk standar timbal adalah $y = 0,0000184x - 0,00048$ dengan koefisien relasi (r) adalah 0,99986. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Gambar 4.1 dan Tabel 4.1. Persamaan garis linier yang diperoleh untuk standar tembaga adalah $y = 0,0001678x - 0,00505$ dengan koefisien relasi (r) adalah 0,99955. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Gambar 4.2 dan tabel 4.2.

Validasi metode analisis dilakukan bertujuan untuk memastikan dan mengkonfirmasi bahwa metode analisis tersebut sudah sesuai untuk peruntukannya. Pada penelitian ini dilakukan beberapa parameter validasi metode analisis. Parameter validasi yang pertama dilakukan adalah pembuatan kurva kalibrasi dan pengujian linearitas. Kurva kalibrasi dibuat dengan tujuan untuk mengetahui kelinieran antara konsentrasi analit dengan serapan yang dihasilkan. Linearitas merupakan kemampuan suatu metode untuk memperoleh hasil-hasil uji yang secara langsung proporsional dengan konsentrasi analit pada kisaran yang diberikan. Linearitas suatu metode merupakan ukuran seberapa baik kurva kalibrasi yang menghubungkan antara respon (y) dan konsentrasi (x) dengan persamaan $y = a + bx$. Hubungan linier yang ideal dicapai jika nilai $b = 0$ dan $r = +1$ atau $r = -1$ bergantung pada arah garis. Sedangkan nilai a menunjukkan kepekaan analisis terutama instrumen yang digunakan (Harmita, 2006). Pada penelitian ini, rentang konsentrasi larutan standar yang dipakai dalam pembuatan kurva kalibrasi dibuat agar konsentrasi logam timbal dan tembaga dalam sampel dapat terukur pada rentang konsentrasi larutan standar yang dibuat. Pada enam buah larutan standar timbal dan tembaga dihasilkan nilai r 0,99986 dan 0,99955. Nilai r menunjukkan hasil yang baik karena mendekati 1. Hal ini menginformasikan bahwa terdapat hubungan yang proporsional antara respon analitik (serapan) dengan konsentrasi yang diukur. Cara perhitungan selengkapnya dapat dilihat pada Lampiran 1.

4.2.2 Penentuan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ)

Dari kurva kalibrasi dapat pula ditentukan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitas (LOQ) dengan perhitungan matematis. Batas deteksi (LOD) adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blanko. Batas kuantisasi (LOQ) merupakan parameter pada analisis renik dan diartikan sebagai kuantiasi terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama (Harmita, 2004).

Batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) timbal berturut-turut yaitu 9,93 ppb dan 33,10 ppb. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.3. Batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) tembaga berturut-turut yaitu 20,99 ppb dan 69,97 ppb. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.4. Cara perhitungan selengkapnya dapat dilihat pada Lampiran 2.

4.2.3 Uji presisi

Pada uji presisi atau keseksamaan, dilakukan analisis terhadap tiga rentang konsentrasi, yaitu konsentrasi rendah, konsentrasi sedang, dan konsentrasi tinggi yang mewakili rentang konsentrasi yang terdapat dalam kurva kalibrasi. Uji presisi dilakukan untuk menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen (Harmita, 2004). Untuk masing-masing rentang konsentrasi dilakukan pengulangan enam kali.

Uji presisi ditentukan dengan nilai koefisien variasi. Uji presisi larutan standar timbal digunakan konsentrasi rendah, sedang, dan tinggi, yaitu 51,0; 306,0; dan 510,0 ppb. Koefisien variasi timbal pada sampel pewarna rambut merek A berurut-turut dari konsentrasi rendah ke tinggi yaitu 12,31%, 4,54%, dan 4,15%. Koefisien variasi timbal pada sampel pewarna rambut merek B berturut-turut dari konsentrasi rendah ke tinggi yaitu 14,30%, 11,48%, dan 5,41%. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.5 dan 4.6.

Uji presisi larutan standar tembaga digunakan konsentrasi rendah, sedang, dan tinggi yaitu 25,35; 354,90; 608,40 ppb. Koefisien variasi tembaga pada

sampel pewarna rambut merek A berturut-turut dari konsentrasi rendah ke tinggi yaitu 8,36%, 1,14%, 0,22%. Dan koefisien variasi tembaga pada sampel pewarna rambut merek B berturut-turut dari konsentrasi rendah ke tinggi yaitu 8,91%, 0,86%, dan 0,68%. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.7 dan 4.8.

Berdasarkan hasil yang diperoleh, masing-masing logam pada seluruh sampel yang diteliti memberikan nilai koefisien variasi kurang dari 32%. Kriteria seksama diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif atau koefisien variasi 2% atau kurang. Akan tetapi kriteria ini sangat fleksibel tergantung pada konsentrasi analit yang diperiksa, jumlah sampel, dan kondisi laboratorium. Koefisien variasi dapat meningkat dengan menurunnya kadar analit yang dianalisis. Pada kadar satu per sejuta (ppm) RSDnya adalah 16%, dan pada kadar *part per bilion* (ppb) adalah 32% sehingga hasil pengukuran memiliki nilai presisi yang memenuhi syarat yaitu kurang dari 32% untuk kadar dalam ppb (*part per bilion*) (Harmita, 2004).

4.2.4 Uji perolehan kembali

Uji perolehan kembali digunakan untuk penentuan kecermatan atau akurasi dari suatu metode. Uji perolehan kembali (UPK) dilakukan pada sampel pewarna rambut merek A dan B. Uji perolehan kembali untuk logam timbal pada masing-masing sampel pewarna rambut dengan penambahan larutan standar dengan konsentrasi 51,0; 306,0; dan 510 ppb yang memberikan hasil yang berada pada rentang 77,35-110,49%. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.9 dan 4.10. Uji perolehan kembali untuk logam tembaga pada masing-masing sampel pewarna rambut dengan penambahan konsentrasi 25,35; 354,90; dan 608,40 ppb memberikan hasil yang berada pada rentang 81,02-105,01%. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.11 dan 4.12. Cara perhitungan selengkapnya dapat dilihat pada Lampiran 3 dan 4.

Akurasi atau kecermatan adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Kecermatan dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan. Uji perolehan kembali dalam penelitian ini menggunakan metode penambahan baku (*standard addition method*). Metode adisi merupakan metode penambahan

standar dengan jumlah tertentu ke dalam sampel kemudian campuran tersebut dianalisis seperti perlakuan pada sampel. Serapan yang diperoleh kemudian dimasukkan ke dalam persamaan garis kurva kalibrasi dan didapatkan konsentrasi sampel yang ditambahkan dengan standar. Hasil tersebut dikurangi dengan konsentrasi sampel yang tidak ditambahkan dengan standar. Selisih yang didapat dibandingkan dengan konsentrasi standar yang ditambahkan ke dalam sampel (Harmita, 2004).

Metode adisi digunakan juga dalam uji presisi, namun dengan perhitungan parameter yang berbeda. Pada uji presisi parameter yang digunakan adalah koefisien variasi. Dilakukan pengulangan sebanyak enam kali untuk masing-masing sampel yakni sampel pewarna rambut A dan sampel pewarna rambut B.

Hasil uji perolehan kembali yang di dapat dari seluruh sampel berada pada rentang antara 77,35-110,49% ppb dan hasil akurasi tersebut belum memenuhi kriteria yang dipersyaratkan. Dimana untuk analit pada matrik sampel 100 ppb atau 1 ppm harus berada pada rentang 80-110%. Hal ini disebabkan pengerjaan yang kurang cermat dan pada proses penyaringan larutan hasil destruksi kemungkinan masih terdapat sejumlah sampel yang tidak tersaring sempurna dan tertinggal di kertas saring. Hasil uji perolehan kembali dengan cara penambahan standar memberikan hasil yang kurang baik dibandingkan cara absolut. Metode validasi absolut dilakukan dengan cara menambahkan sejumlah analit bahan murni (senyawa pembanding kimia CRM atau SRM) ke dalam campuran bahan pembawa sediaan lalu campuran tersebut di analisis dan hasilnya dibandingkan dengan kadar analit yang ditambahkan (kadar yang sebenarnya) (Harmita, 2004). Pada penelitian yang dilakukan oleh Kamal, Zainul., Yazid, M., Supriyanto, C (2005) uji perolehan kembali pada sampel pewarna rambut dengan menggunakan cara absolut di dapat hasil uji perolehan kembali sebesar 90-107% ppm dan presisi 0,65%. Hasil ini lebih baik dibandingkan dengan validasi yang digunakan dalam penelitian ini yakni dengan metode adisi dengan hasil uji perolehan kembali sebesar 77,35-110,49% dan nilai koefisien variasi sebesar 0,22-14,30%.

4.3 Destruksi sampel

Sampel pewarna rambut dapat langsung di destruksi dengan menggunakan asam nitrat 65% dan asam perklorat 60%. Larutan hasil destruksi disaring secara kuantitatif terlebih dahulu menggunakan kertas saring Whatman nomor 41. Penyaringan perlu dilakukan agar didapatkan larutan yang jernih sebelum proses pengukuran dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom. Hasil destruksi berupa larutan bening berwarna kuning untuk sampel rambut pewarna rambut B dan larutan bening kecoklatan untuk sampel pewarna rambut A.

Sampel rambut yang dipakai dalam penelitian ini diambil dari beberapa salon yang menggunakan pewarna rambut merek A dan B di kawasan Depok. Kemudian, sampel dicuci dengan aseton untuk menghilangkan lemak dan kotoran lain yang bersifat eksternal tanpa mengganggu kandungan unsur-unsur yang ada dalam rambut.

Sampel rambut yang didapat dicuci dengan 10 ml aseton kemudian di bilas dengan aqua bebas mineral lakukan sebanyak tiga kali pencucian setelah itu dikeringkan pada oven pada suhu $\pm 50^{\circ}\text{C}$ selama 3 hari sampai di dapat bobot yang konstan.

Dilakukan penimbangan pada sampel basah dan sampel kering agar didapatkan persentase susut pengeringan. Perhitungan terhadap persentase susut pengeringan dilakukan agar didapatkan kadar logam dalam sampel basah. Batas kadar logam yang disyaratkan oleh Direktorat Jendral Pengawasan Obat dan Makanan Departemen Kesehatan Republik Indonesia maupun FDA (*Food and Drug Administration*) merupakan kadar logam dalam sampel basah. Persentase susut pengeringan pada sampel rambut kontrol negatif, sampel A; B; I; dan II berturut-turut adalah 8,03; 12,83; 8,67; 21,08; dan 8,32%. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.15.

Kemudian sampel rambut yang telah kering di potong kecil-kecil ± 1 mm. untuk memudahkan proses destruksi. Destruksi merupakan suatu cara penguraian (perombakan) senyawa organologam pada materi organik menjadi bentuk senyawa logam anorganik sehingga dapat dianalisis kadar logam tersebut secara kuantitatif. Terdapat dua jenis metode destruksi yaitu metode destruksi kering dan basah. Tetapi pada penelitian ini, peneliti menggunakan metode destruksi

basah dengan menggunakan asam nitrat 65% dan asam perklorat 60%, adapun alasan pemilihan metode tersebut karena logam timbal tidak tahan terhadap pemanasan pada suhu tinggi, metodenya sederhana, cepat, oksidasinya kontinyu (Hanson, M. W, 1973). Namun apabila kurang sempurna dalam melakukan teknik destruksi, maka hasil analisis yang diharapkan menjadi tidak akurat. Oleh karena itu, pada percobaan diperlukan ketelitian dalam melakukan destruksi. Dalam proses destruksi, bahan organik dalam sampel biologi dioksidasi menjadi karbon dioksida dan air sehingga meninggalkan residu anorganik yang mengandung unsur-unsur yang akan dianalisis (Hanson, M. W, 1973).

Larutan hasil destruksi disaring secara kuantitatif terlebih dahulu menggunakan kertas saring. Penyaringan perlu dilakukan agar didapatkan larutan yang jernih sebelum proses pengukuran dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom. Hasil destruksi berupa larutan bening berwarna kuning kecoklatan

4.4 Penentuan kadar timbal dan tembaga dalam sampel

Penentuan kadar timbal dan tembaga dalam sampel menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) dilengkapi dengan unit-unit SSA dan lampu *hollow cathode*.

Rata-rata kadar timbal dalam pewarna rambut A dan pewarna rambut B yang diteliti berturut-turut adalah $2,82 \pm 0,38$ dan $1,54 \pm 0,02$ mg/kg. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.13. Rata-rata kadar timbal dalam rambut kontrol negatif sebesar $0,21 \pm 0,01$ mg/kg. Pada rambut pemakai pewarna rambut merek A (sampel A dan B) yang terdiri dari dua sampel rambut kadar timbal yang terkandung di dalamnya sebesar $4,14 \pm 0,43$ dan $5,09 \pm 0,19$ mg/kg. Dan pada rambut pemakai pewarna rambut merek B yang terdiri dari dua sampel rambut (sampel I dan II) yang diteliti berturut-turut adalah $1,13 \pm 0,35$ dan $1,63 \pm 0,15$ mg/kg. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.16.

Rata-rata kadar tembaga dalam pewarna rambut A dan pewarna rambut B yang diteliti berturut-turut adalah $5,53 \pm 0,26$ dan $0,58 \pm 0,17$ mg/kg. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.14. Rata-rata kadar tembaga dalam rambut kontrol negatif sebesar $1,65 \pm 0,04$ mg/kg. Pada rambut pemakai pewarna rambut merek A yang terdiri dari dua sampel rambut (sampel A dan B) kadar

tembaga yang terkandung di dalamnya sebesar $7,93 \pm 0,27$ dan $9,50 \pm 0,17$ mg/kg. Dan pada rambut pemakai pewarna rambut merek B yang terdiri dari dua sampel rambut (sampel I dan II) yang diteliti berturut-turut adalah $3,36 \pm 0,26$ dan $3,65 \pm 0,17$ mg/kg. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.17.

Penentuan kadar timbal dan tembaga pada masing-masing sampel dilakukan triplo. Untuk satu kali pengukuran dalam satu sampel untuk kedua logam berasal dari larutan yang sama karena salah satu keuntungan spektrofotometer serapan atom adalah dari satu larutan yang sama dapat mengukur unsur-unsur logam yang berbeda. Timbal dan tembaga terdeteksi pada semua sampel baik pewarna rambut merek A dan B maupun pada sampel rambut. Kadar timbal dan tembaga dalam seluruh sampel yang diteliti masih dalam batas yang diizinkan dalam Surat Keputusan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 376/MenKes/Per/VIII/1990 sebesar 2%. Berdasarkan Food and Drugs Administration kadar logam dalam pewarna rambut sebesar kurang dari 0,6%.

Dari kadar logam yang terkandung di dalam pewarna rambut memungkinkan logam tersebut dapat masuk ke dalam tubuh melalui jalur pernapasan dan atau penetrasi melalui kulit sehingga mengakibatkan pewarna rambut yang digunakan secara terus menerus dan dalam waktu yang lama dapat menyebabkan senyawa logam terakumulasi di kulit kepala dan rambut (Kamal, Zainul., Yazid, M., Supriyanto, C. 2005). Dari hasil penelitian di dapat kadar logam di dalam rambut ternyata lebih besar dari kadar logam di dalam pewarna rambut yang di pakai oleh konsumen. Hal ini menunjukkan bahwa logam yang terkandung di dalam pewarna rambut kemungkinan telah terakumulasi di dalam rambut. Semakin besar kandungan logam di pewarna rambut maka semakin besar pula kadar logam yang terakumulasi di dalam rambut. Absorpsi kulit terhadap pewarna rambut dapat dipengaruhi oleh berbagai faktor di antara intensitas pemakaian, konsentrasi dari bahan aktif pewarna rambut, luas tempat pemakaian pewarna rambut dan umur pemakai yang biasanya menentukan kondisi kulit (Wasitaatmadja, 1997).

Berdasarkan hasil percobaan Kamal, Zainul., Yazid, M., Supriyanto, C (2005), perbedaan nomor batch maupun bentuk cat rambut menimbulkan kadar logam yang nyata. Oleh karena itu, kadar timbal dan tembaga pada dua jenis

merek pewarna rambut yang diteliti yaitu pewarna rambut merek A dengan bentuk sediaan serbuk dan pewarna rambut merek B dengan bentuk sediaan krim memiliki perbedaan kadar yang cukup nyata.

Dari hasil percobaan Yueh, T.Y *et al* (2000) dalam keadaan normal kandungan tembaga dalam rambut yakni $\pm 2,3$ mg/kg. Sedangkan dari penelitian didapat bahwa kadar tembaga dalam sampel rambut pemakai pewarna rambut merek A dan B telah melebihi batas normal kadar tembaga dalam rambut. Pada penelitian ini diketahui kadar tembaga dalam sampel rambut berada pada rentang $3,36 \pm 0,26 - 9,50 \pm 0,17$ mg/kg (Tabel 4.17).

Untuk logam timbal di ketahui bahwa kadar timbal dalam rambut pemakai pewarna rambut merek A dan B berkisar antara $1,13 \pm 0,35 - 5,09 \pm 0,19$ mg/kg (Tabel 4.16). Kadar normal timbal pada rambut orang dewasa sebesar kurang dari 12 mg/kg (Palar, 1994). Hal ini menunjukkan bahwa kadar timbal dalam sampel rambut pemakai pewarna rambut merek A dan B masih dalam batas normal.

Berdasarkan hasil penelitian diketahui bahwa pada sampel rambut kontrol negatif (tidak menggunakan pewarna rambut) ternyata mengandung logam tembaga dan timbal dalam kadar yang lebih kecil dibandingkan sampel rambut yang memakai pewarna rambut. Hal ini disebabkan jumlah logam pada rambut berhubungan dengan jumlah logam yang diabsorpsi oleh tubuh. Logam berat dapat masuk ke dalam tubuh melalui makanan, minuman, udara, pernapasan, dan penetrasi pada selaput kulit. Logam-logam yang masuk tersebut jika tidak dibutuhkan oleh tubuh maka akan terakumulasi di bagian tertentu tubuh seperti ginjal, hati, kuku, jaringan lemak, dan rambut (Darmono, 1995). Jadi adanya logam tembaga dan timbal dalam sampel rambut kontrol negatif (yang tidak menggunakan pewarna rambut) kemungkinan berasal dari makanan, minuman, dan udara.

BAB 5 KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Pada sampel pewarna rambut dan rambut yang diteliti terdeteksi adanya logam timbal dan tembaga. Pada sampel pewarna rambut merek A kadar rata-rata timbal dan tembaga berturut-turut adalah $2,82 \pm 0,38$ mg/kg dan $5,53 \pm 0,26$ mg/kg. Pada sampel pewarna rambut merek B kadar rata-rata timbal dan tembaga berturut-turut adalah $1,54 \pm 0,02$ mg/kg dan $0,58 \pm 0,17$ mg/kg. Kadar timbal dan tembaga pada kedua sampel pewarna rambut masih dalam batas aman penggunaan logam dalam pewarna rambut berdasarkan Surat Keputusan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 376/MenKes/Per/VIII/1990 sebesar 2% dan berdasarkan *Food Drugs Administration* sebesar 0,6%.

Pada dua sampel rambut pemakai pewarna rambut merek A, kadar rata-rata timbal sebesar $4,14 \pm 0,43$ mg/kg dan $5,09 \pm 0,19$ mg/kg. Kadar rata-rata tembaga pada dua sampel rambut pemakai pewarna rambut merek A sebesar $7,93 \pm 0,29$ mg/kg dan $9,50 \pm 0,17$ mg/kg. Pada dua sampel rambut pemakai pewarna rambut merek B, kadar rata-rata timbal sebesar $1,13 \pm 0,35$ mg/kg dan $1,63 \pm 0,15$ mg/kg. Dan kadar rata-rata tembaga pada dua sampel rambut pemakai pewarna rambut merek B adalah $3,36 \pm 0,26$ mg/kg dan $3,65 \pm 0,17$ mg/kg. Pada sampel rambut kontrol negatif kadar rata-rata timbal sebesar $0,21 \pm 0,01$ mg/kg dan kadar rata-rata tembaga sebesar $1,65 \pm 0,04$ mg/kg. Kadar timbal pada sampel rambut pemakai pewarna rambut merek A dan B masih dalam batas normal kadar timbal dalam rambut sebesar kurang dari 12 mg/kg. Sedangkan kadar tembaga pada sampel rambut pemakai pewarna rambut merek A dan B telah melebihi batas normal kadar timbal dalam rambut sebesar $\pm 2,30$ mg/kg.

DAFTAR ACUAN

- Aztiani, Dira. (2010). *Analisis Pb, Cd, dan Cu dalam hati ayam kampung dan broiler secara spektrofotometri serapan atom*. Skripsi tidak diterbitkan. Jakarta: Universitas Indonesia.
- Broekaert, Jose A. C. (2002). *Analytical atomic spectrometry with flames and plasmas*. Germany: WILEY-VCH.
- Bronaugh, Robert L and Maibach, Howard I.(Ed.). (2005). *Percutaneous Absorption: Drugs, Cosmetics, Mechanisms, Methods* (4th Ed.). PharmaceuTech, Inc. Pinehurst: North Carolina.
- Cohen, A.J. & Roe, F.J.C. (1991). *Review of lead toxicology relevant to the safety assessment of lead acetate as a hair colouring*. Food and chemical Toxicology volume 29.
- Darmono. (2001). *Lingkungan hidup dan pencernaan: Hubungannya dengan toksikologi senyawa logam*. Jakarta: UI-Press.
- Darmono. (1995). *Logam dalam sistem biologi makhluk hidup*. Jakarta: UI-Press.
- Departemen Kesehatan Republik Indonesia. (1985). *Formularium kosmetika Indonesia*. Jakarta:
- Departemen Kesehatan Republik Indonesia. (1995). *Farmakope Indonesia*. Jakarta:931-934.
- Ganiswara, Sulistia G., *et al.* (Eds.). (1995). *Farmakologi dan terapi* (4th ed.). Jakarta: Bagian Farmakologi Fakultas Kedokteran Universitas Indonesia.
- Hanson, M. W. (1973). *Officials standardized and recomenanded methodes of analysis* (2rd ed.). London: Heffers Plinters.
- Hair Dye Dilemmas*. (n.d.). 8 September 2010. <http://vm.cfsan.fda.gov/-dms/cos-818>.
- Harmita. (2004, Desember). Petunjuk pelaksanaan validasi metode dan cara pelaksanaannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*, (Vol.1, No.3, pp.117-135).
- Harmita. (2006). *Buku ajar analisis fisikokimia*. Depok: Departemen Farmasi FMIPA UI.
- Hendayana, Sumar., dkk. (1994). *Kimia analitik instrumen* (1st ed.). Semarang: IKIP Semarang Press.
- Jannah, Fathul. (2010). *Pemeriksaan asupan timbal pada sediaan pewarna rambut bentuk serbuk yang beredar di pusat pasar kota Medan secara*

spektrofotometri serapan atom. Laporan Penelitian Fakultas Farmasi Universitas Sumatera Utara, Medan.

- Jeffrey, G H., Basset, J., Mendham, J., Denney, RC., 2000. *Buku ajar vogel kimia analisis kuantitatif anorganik (4th Ed)* (Terjemahan A. Hadyana Pudjaatmaka & L. Setiono). A. Hadyana Pudjaatmaka (Ed.). Jakarta: EGC.
- Kamal, Zainul., Yazid, M., Supriyanto, C. (2005, Juli). Penentuan kadar Pb (Timbal) dalam cat rambut dengan metode spektrofotometri serapan atom. *Dipresentasikan pada Prosiding PPI-PDIPTN Puslitbang Teknologi Maju-BATAN*, 82-86. Yogyakarta: Badan Atom Nasional.
- Kamal, Zainul., Yazid, M. (2006, Juli). Evaluasi kadar Fe, Cu, dan Zn di dalam lipstik dan cat kuku serta rambut pemakainya. *Dipresentasikan pada Prosiding PPI-PDIPTN Puslitbang Teknologi Maju-BATAN*, 143-149. Yogyakarta: Badan Atom Nasional
- Khopkar, S. M. (1990). *Konsep dasar kimia analitik* (Terjemahan A. Saptorahardjo). Jakarta: UI-Press.
- Martin, M Rieger. (1982). *Cosmeticology* (8th ed.). New York: Chemical Publishing Company.
- McClements, D. Julian. (24 Oktober 2003). *Analysis of food product*. 8 Juni 2010. <http://www-unix.oit.umass.edu/~mcclemen/>.
- Mutschler. 1991. *Dinamika obat: buku ajar farmakologi dan toksikologi* (5th ed.) Terjemahan Mathilda B, Widiyanto dan Anna Setiadi Ranti). Bandung: ITB
- Palar, H. (1994). *Pencemaran dan toksikologi logam berat*. Jakarta: Rineka Cipta.
- Saeni, M.S. 1989. *Kimia Lingkungan*. Departemen Pendidikan dan Kebudayaan. Ditjen Pendidikan Tinggi. Pusat Antar Universitas Ilmu Hayati Institut Pertanian Bogor: Bogor
- Suswati, E., Sumantri., & Kamal, Z. (2003, Desember). Penentuan kadar timbal dan besi dalam rambut sopir bis berdasarkan lamanya kerja, dengan metode spektrofotometri serapan atom. *Majalah Medika Nomor 12 tahun XXIX*, hal 769-773.
- Struktur rambut*. (n.d.). 26 Desember 2010. <http://www.mandom.co.id/yourlook.php>.
- Takeo Mitsui. (Ed.). (1993). *New cosmetic science*. Amsterdam: Elsevier Science B. V.
- Tranggono, R. Iswari., & Latifah, F. (2007). *Buku pegangan ilmu pengetahuan kosmetik*. Joshita Djajadisastra (Ed.). Jakarta: PT. Gramedia Pustaka Utama
- Tsai Yung-Yueh, *et al.* (2000). *Concentrations of potassium, sodium, magnesium, calcium, copper, zinc, manganese and iron in black and gray hairs in*

Taiwan., Departement of Chemistry Chun Yuan Christian University
Taiwan

Vandecasteele, C., Block, C. B. *Modern Methods for trace element determination*.
New York: John Wiley & Sons.

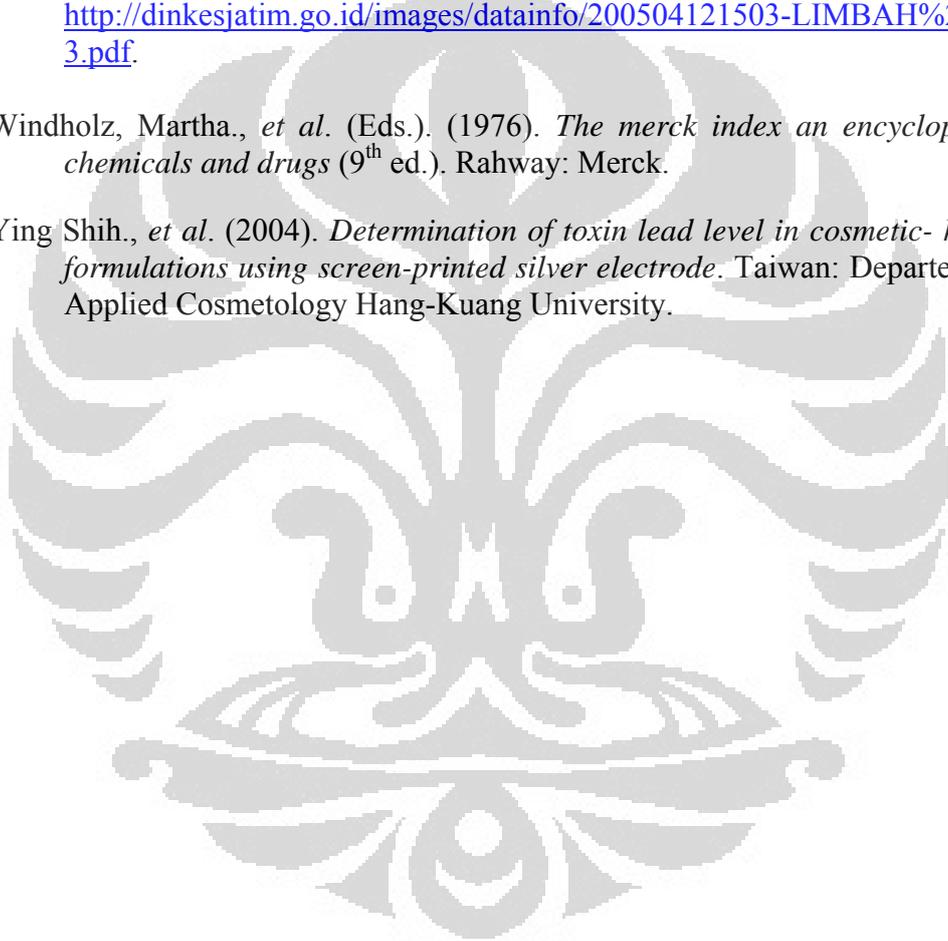
Wasiaatmadja, S. M. (1997). *Penuntun ilmu kosmetika medik*. Jakarta : UI-
PRESS.

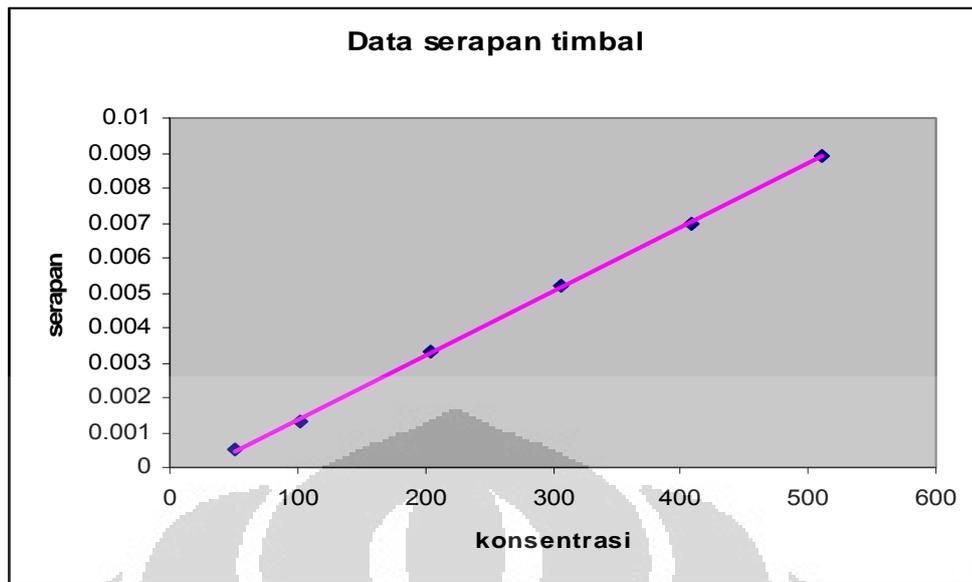
Wilkinson JB. (1982). *Harry's cosmetology* (7th ed). Moore RJ (Ed.). New
York: Chemical Publishing Company, Inc .

Wijanto, Sigit Eddie. (12 April 2005). *Limbah B3 dan kesehatan*. 13 Januari 2010.
<http://dinkesjatim.go.id/images/datainfo/200504121503-LIMBAH%20B-3.pdf>.

Windholz, Martha., *et al.* (Eds.). (1976). *The merck index an encyclopedia of
chemicals and drugs* (9th ed.). Rahway: Merck.

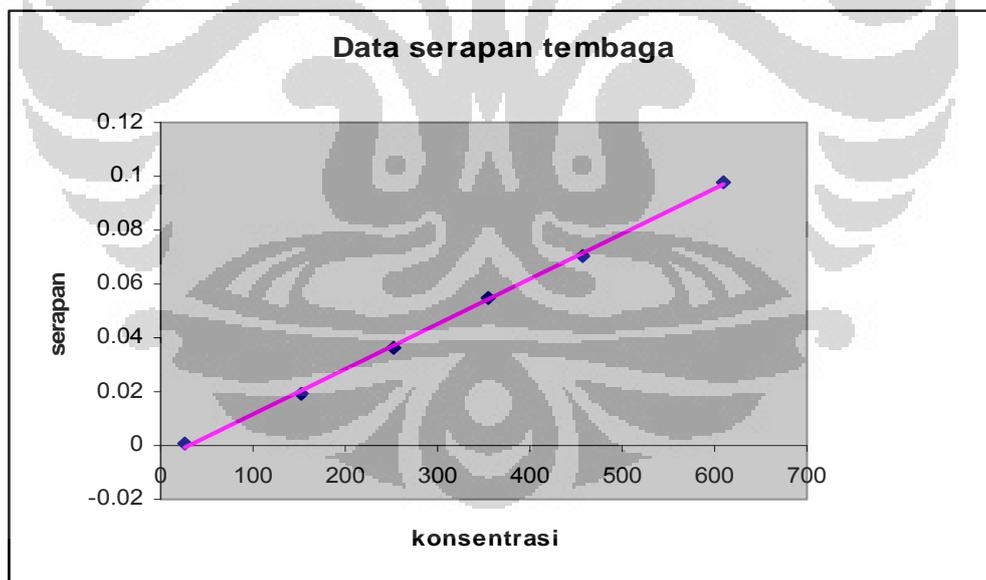
Ying Shih., *et al.* (2004). *Determination of toxin lead level in cosmetic- hair dye
formulations using screen-printed silver electrode*. Taiwan: Departement of
Applied Cosmetology Hang-Kuang University.





keterangan : $y = 0,00001841x - 0,00048$
 $r = 0,99986$

Gambar 7. Kurva kalibrasi standar timbal



keterangan : $y = 0,00016780x - 0,00505$
 $r = 0,99955$

Gambar 8. Kurva kalibrasi standar tembaga



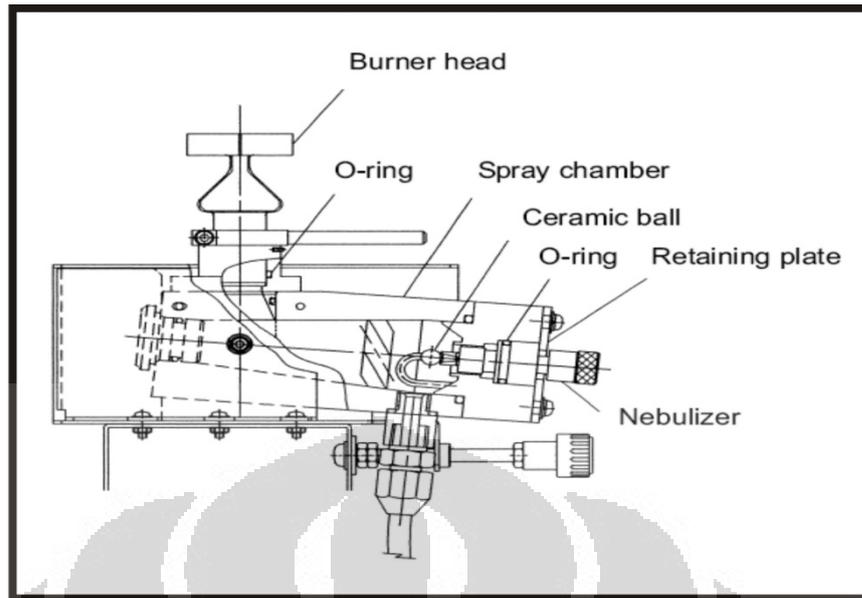
Gambar 9. Spektrofotometer serapan atom (Shimadzu AA-6300)



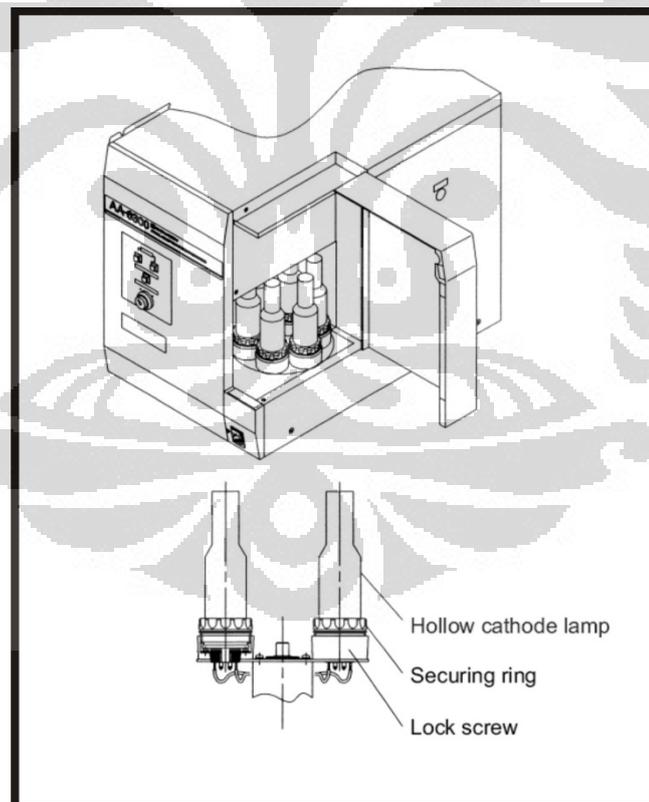
Gambar 10. Unit-unit SSA

Keterangan :

- | | |
|------------------|---------------------------|
| 1. burner head | 5. drain sensor |
| 2. nebulizer | 6. Saluran masuk sampel |
| 3. spray chamber | 7. Saluran tempat buangan |
| 4. drain tank | 8. Flame monitor |



Gambar 11. Skema unit-unit SSA



Gambar 12. Skema *hollow cathode lamp*

Tabel 2.1 Rentang kesalahan yang diizinkan pada setiap konsentrasi analit pada matriks

Analit pada matriks sampel (%)	Rata-rata yang diperoleh (%)
100	98-102
> 10	98-102
> 1	97-103
> 0,1	95-105
0,01	90-107
0,001	90-107
0,000,1 (1 ppm)	80-110
0,000,01 (100 ppb)	80-110
0,000,001 (10 ppb)	60-115
0,000,000,1 (1 ppb)	40-120

(sumber : Harmita, 2004)

Tabel 4.1 Data kurva kalibrasi timbal

Konsentrasi (ppb)	Serapan
51	0,0005
102	0,0013
204	0,0033
306	0,0052
408	0,0070
510	0,0089
keterangan	: $y = 0,00001841x - 0,00048$ $r = 0,99986$

Tabel 4.2 Data kurva kalibrasi tembaga

Konsentrasi (ppb)	Serapan
25,35	0,0006
152,10	0,0196
253,50	0,0365
354,90	0,0547
456,30	0,0707
608,40	0,0981
keterangan:	$y = 0,00016780x - 0,00505$ $r = 0,99955$

Tabel 4.3 Data batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) timbal

Konsentrasi (ppb)	Serapan	y_i	$(y-y_i)^2$
51	0,0005	0,0004	$2,1715 \times 10^{-9}$
102	0,0013	0,0013	$8,4640 \times 10^{-9}$
204	0,0033	0,0032	$8,4681 \times 10^{-10}$
306	0,0052	0,0051	$2,5804 \times 10^{-9}$
408	0,0070	0,0070	$7,6176 \times 10^{-10}$
510	0,0089	0,0089	$3,4810 \times 10^{-11}$
Jumlah			$1,4859 \times 10^{-8}$

Keterangan:

$$S(y/x) = 6,0949 \times 10^{-5}$$

$$V_{x0} = 1,25 \%$$

$$\text{Batas deteksi (LOD)} = 9,93 \text{ ppb}$$

$$\text{Batas kuantitasi (LOQ)} = 33,10 \text{ ppb}$$

Tabel 4.4 Data batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) tembaga

Konsentrasi (ppb)	Serapan	y_i	$(y-y_i)^2$
25,35	0,0006	0,0008	$1,9964 \times 10^{-6}$
152,10	0,0196	0,0204	$7,5229 \times 10^{-7}$
253,50	0,0365	0,0378	$9,6644 \times 10^{-7}$
354,90	0,0547	0,0544	$4,0477 \times 10^{-8}$
456,30	0,0707	0,0715	$6,6347 \times 10^{-7}$
608,40	0,0981	0,0970	$1,2100 \times 10^{-6}$
		Jumlah	$5,5165 \times 10^{-6}$

Keterangan:

$$S(y/x) = 1,1743 \times 10^{-3}$$

$$V_{x0} = 0,37 \%$$

$$\text{Batas deteksi (LOD)} = 20,99 \text{ ppb}$$

$$\text{Batas kuantitasi (LOQ)} = 69,97 \text{ ppb}$$

Tabel 4.5 Data uji presisi timbal pada pewarna rambut merek A

Konsentrasi (ppb)	Konsentrasi sampel (ppb)	Serapan	Konsentrasi Pengukuran (ppb)	Konsentrasi pengukuran – konsentrasi sampel (ppb)	\bar{x} (ppb)	SD	KV (%)
51	264,80	0,0053	311,88	47,08	50,02	6,16	12,31
		0,0054	317,76	52,96			
		0,0053	311,88	47,08			
		0,0055	323,65	58,85			
		0,0052	306,00	41,20			
		0,0054	317,76	52,96			
306		0,0105	601,68	336,88	315,87	14,34	4,54
		0,0100	573,03	308,23			
		0,0098	561,57	296,77			
		0,0103	590,22	325,42			
		0,0102	584,49	319,69			
		0,0100	573,03	308,23			
510		0,0130	744,94	480,14	496,37	20,63	4,15
		0,0135	773,59	508,79			
		0,0132	756,40	491,60			
		0,0138	790,78	525,98			
		0,0134	767,86	503,06			
		0,0128	733,48	468,68			

Tabel 4.6 Data uji presisi timbal pada pewarna rambut merek B

Konsentrasi (ppb)	Konsentrasi sampel (ppb)	Serapan	Konsentrasi Pengukuran (ppb)	Konsentrasi pengukuran – konsentrasi sampel (ppb)	\bar{x} (ppb)	SD	KV (%)
51	166,90	0,0034	210,18	43,28	50,48	7,21	14,30
		0,0037	228,72	61,80			
		0,0036	222,54	55,64			
		0,0034	210,18	43,28			
		0,0035	216,35	49,45			
		0,0035	216,35	49,45			
306		0,0066	384,68	217,78	202,23	23,22	11,48
		0,0060	349,71	182,81			
		0,0063	367,20	200,30			
		0,0058	338,05	171,12			
		0,0064	373,02	206,12			
		0,0069	402,17	235,27			
510		0,0109	624,60	457,70	490,17	26,55	5,41
		0,0115	658,98	492,08			
		0,0111	636,06	469,16			
		0,0119	681,91	515,01			
		0,0113	647,52	480,62			
		0,0121	693,37	526,47			

Tabel 4.7 Data uji presisi tembaga pada pewarna rambut merek A

Konsentrasi (ppb)	Konsentrasi sampel (ppb)	Serapan	Konsentrasi Pengukuran (ppb)	Konsentrasi pengukuran – konsentrasi sampel (ppb)	\bar{x} (ppb)	SD	KV (%)
25,35	611,50	0,1030	638,78	27,28	30,68	2,56	8,36
		0,1035	641,88	30,38			
		0,1041	645,61	34,11			
		0,1032	640,02	28,52			
		0,1036	642,51	31,01			
		0,1039	644,37	32,87			
354,9		0,1468	910,42	298,92	305,74	3,51	1,14
		0,1484	920,35	308,85			
		0,1480	917,87	306,37			
		0,1479	917,25	305,75			
		0,1482	919,11	307,61			
		0,1481	918,49	306,99			
608,4		0,1927	1195,09	583,59	583,38	1,33	0,22
		0,1925	1193,85	582,35			
		0,1928	1195,71	584,21			
		0,1930	1196,95	585,45			
		0,1924	1193,23	581,73			
		0,1926	1194,47	582,97			

Tabel 4.8 Data uji presisi tembaga pada pewarna rambut merek B

Konsentrasi (ppb)	Konsentrasi sampel (ppb)	Serapan	Konsentrasi Pengukuran (ppb)	Konsentrasi pengukuran – konsentrasi sampel (ppb)	\bar{x} (ppb)	SD	KV (%)
25,35	80,27	0,0141	109,41	29,14	31,34	2,79	8,91
		0,0145	112,52	32,25			
		0,0139	107,86	27,59			
		0,0146	113,29	33,02			
		0,0149	115,62	35,35			
		0,0143	110,97	30,70			
354,9		0,0637	411,12	330,85	331,49	2,88	0,86
		0,0632	407,89	327,62			
		0,0639	412,41	332,14			
		0,0635	409,83	329,59			
		0,0640	413,05	332,78			
		0,0645	416,28	336,01			
608,4		0,0973	603,43	523,16	525,74	3,62	0,68
		0,0984	610,26	529,99			
		0,0981	608,40	528,13			
		0,0977	605,91	525,64			
		0,0980	607,77	527,50			
		0,0968	600,33	520,06			

Tabel 4.9 Data uji perolehan kembali timbal pada pewarna rambut merek A

Konsentrasi (ppb)	Serapan	C ₁ (ppb)	C ₂ (ppb)	S (ppb)	UPK (%)
51	0,0005	-	-	53,26	88,39
	0,0045	264,80	-	-	
	0,0053	-	311,88	-	
	0,0005	-	-	53,26	99,43
	0,0045	264,80	-	-	
	0,0054	-	317,76	-	
	0,0005	-	-	53,26	88,39
	0,0045	264,80	-	-	
	0,0053	-	311,88	-	
	0,0005	-	-	53,26	110,49
	0,0045	264,80	-	-	
	0,0055	-	323,65	-	
	0,0005	-	-	53,26	77,35
	0,0045	264,80	-	-	
	0,0052	-	306,0	-	
0,0005	-	-	53,26	99,45	
0,0045	264,80	-	-		
0,0054	-	317,76	-		
306	0,0052	-	-	308,69	109,13
	0,0045	264,80	-	-	
	0,0105	-	601,68	-	
	0,0052	-	-	308,69	99,85
	0,0045	264,80	-	-	
	0,0100	-	573,03	-	
	0,0052	-	-	308,69	97,11
	0,0045	264,80	-	-	
	0,0098	-	561,57	-	
	0,0052	-	-	308,69	105,41
	0,0045	264,80	-	-	
	0,0103	-	590,22	-	
	0,0052	-	-	308,69	103,56
	0,0045	264,80	-	-	
	0,0102	-	584,49	-	
0,0052	-	-	308,69	99,85	
0,0045	264,80	-	-		
0,0100	-	573,03	-		

Lanjutan Tabel 4.9

510	0,0089	-	-	509,78	94,18
	0,0045	264,80	-	-	
	0,0130	-	744,94	-	
	0,0089	-	-	509,78	99,80
	0,0045	264,80	-	-	
	0,0135	-	773,59	-	
	0,0089	-	-	509,78	96,43
	0,0045	264,80	-	-	
	0,0132	-	756,40	-	
	0,0089	-	-	509,78	103,17
	0,0045	264,80	-	-	
	0,0138	-	790,78	-	
	0,0089	-	-	509,78	98,68
	0,0045	264,80	-	-	
	0,0134	-	767,86	-	
	0,0089	-	-	509,78	91,93
	0,0045	264,80	-	-	
	0,0128	-	733,48	-	



Tabel 4.10 Data uji perolehan kembali timbal pada pewarna rambut merek B

Konsentrasi (ppb)	Serapan	C ₁ (ppb)	C ₂ (ppb)	S (ppb)	UPK (%)
51	0,0005	-	-	53,26	81,26
	0,0027	166,90	-	-	
	0,0034	-	210,18	-	
	0,0005	-	-	53,26	116,07
	0,0027	166,90	-	-	
	0,0037	-	228,72	-	
	0,0005	-	-	53,26	104,46
	0,0027	166,90	-	-	
	0,0036	-	222,54	-	
	0,0005	-	-	53,26	81,26
	0,0027	166,90	-	-	
	0,0034	-	210,18	-	
306	0,0005	-	-	53,26	92,84
	0,0027	166,90	-	-	
	0,0035	-	216,35	-	
	0,0005	-	-	53,26	92,84
	0,0027	166,90	-	-	
	0,0035	-	216,35	-	
	0,0052	-	-	308,69	109,13
	0,0027	166,90	-	-	
	0,0066	-	384,68	-	
	0,0052	-	-	308,69	99,85
	0,0027	166,90	-	-	
	0,0060	-	349,71	-	
0,0052	-	-	308,69	97,11	
0,0027	166,90	-	-		
0,0063	-	367,20	-		
0,0052	-	-	308,69	105,41	
0,0027	166,90	-	-		
0,0058	-	338,05	-		
0,0052	-	-	308,69	103,56	
0,0027	166,90	-	-		
0,0061	-	373,02	-		
0,0052	-	-	308,69	99,85	
0,0027	166,90	-	-		
0,0069	-	402,17	-		

Lanjutan Tabel 4.10

510	0,0089	-	-	509,78	89,78
	0,0027	166,90	-	-	
	0,0109	-	624,60	-	
	0,0089	-	-	509,78	96,52
	0,0027	166,90	-	-	
	0,0115	-	658,98	-	
	0,0089	-	-	509,78	92,03
	0,0027	166,90	-	-	
	0,0111	-	636,06	-	
	0,0089	-	-	509,78	101,02
	0,0027	166,90	-	-	
	0,0119	-	681,91	-	
	0,0089	-	-	509,78	94,27
	0,0027	166,90	-	-	
	0,0113	-	647,52	-	
	0,0089	-	-	509,78	103,27
	0,0027	166,90	-	-	
	0,0121	-	693,37	-	

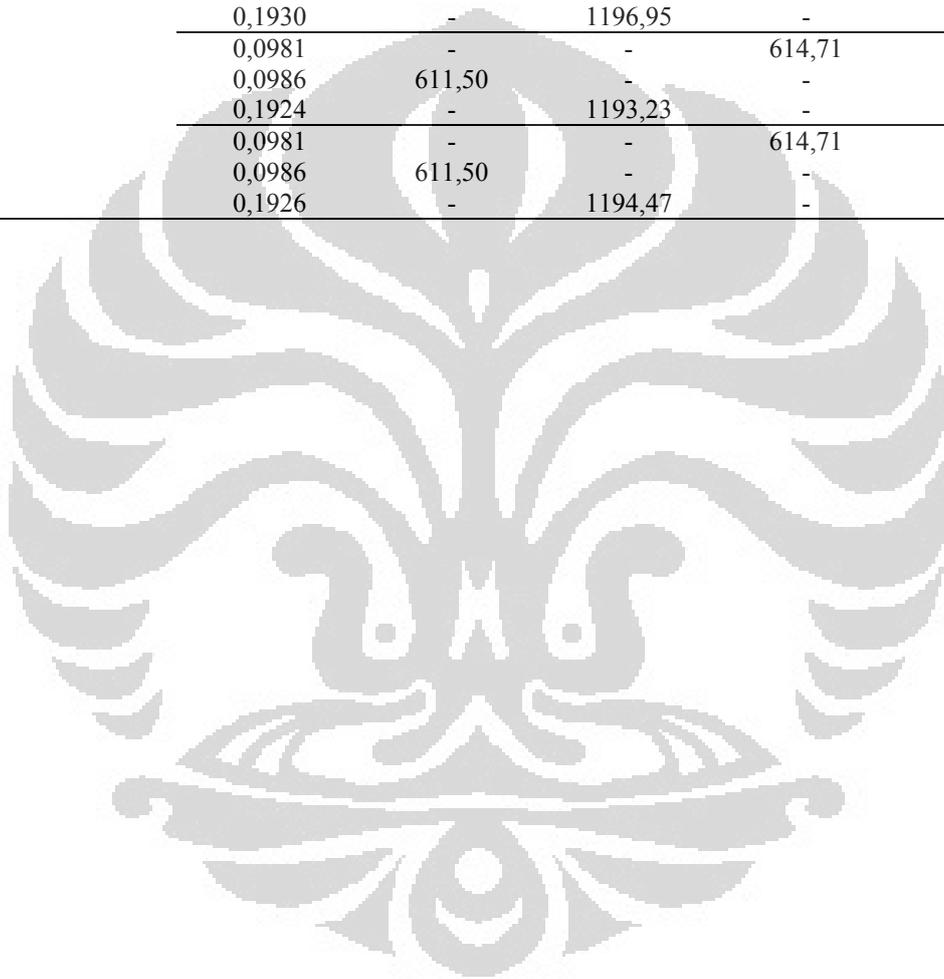


Tabel 4.11 Data uji perolehan kembali tembaga pada pewarna rambut merek A

Konsentrasi (ppb)	Serapan	C ₁ (ppb)	C ₂ (ppb)	S (ppb)	UPK (%)
25,35	0,0006	-	-	33,67	81,02
	0,0986	611,50	-	-	
	0,1030	-	638,78	-	
	0,0006	-	-	33,67	90,22
	0,0986	611,50	-	-	
	0,1035	-	641,88	-	
	0,0006	-	-	33,67	101,30
	0,0986	611,50	-	-	
	0,1041	-	645,61	-	
	0,0006	-	-	33,67	84,70
	0,0986	611,50	-	-	
	0,1032	-	640,02	-	
	0,0006	-	-	33,67	92,09
	0,0986	611,50	-	-	
	0,1036	-	642,51	-	
	0,0006	-	-	33,67	97,62
	0,0986	611,50	-	-	
	0,1039	-	644,37	-	
354,9	0,0547	-	-	356,07	83,94
	0,0986	611,50	-	-	
	0,1468	-	910,42	-	
	0,0547	-	-	356,07	86,73
	0,0986	611,50	-	-	
	0,1484	-	920,35	-	
	0,0547	-	-	356,07	101,20
	0,0986	611,50	-	-	
	0,1480	-	971,87	-	
	0,0547	-	-	356,07	85,86
	0,0986	611,50	-	-	
	0,1479	-	917,25	-	
	0,0547	-	-	356,07	86,38
	0,0986	611,50	-	-	
	0,1482	-	919,11	-	
	0,0547	-	-	356,07	86,21
	0,0986	611,50	-	-	
	0,1481	-	918,49	-	

Lanjutan Tabel 4.11

608,4	0,0981	-	-	614,71	94,93
	0,0986	611,50	-	-	
	0,1927	-	1195,09	-	
	0,0981	-	-	614,71	94,73
	0,0986	611,50	-	-	
	0,1925	-	1193,85	-	
	0,0981	-	-	614,71	95,03
	0,0986	611,50	-	-	
	0,1928	-	1195,71	-	
	0,0981	-	-	614,71	95,23
	0,0986	611,50	-	-	
	0,1930	-	1196,95	-	
	0,0981	-	-	614,71	94,63
	0,0986	611,50	-	-	
	0,1924	-	1193,23	-	
	0,0981	-	-	614,71	94,83
	0,0986	611,50	-	-	
	0,1926	-	1194,47	-	

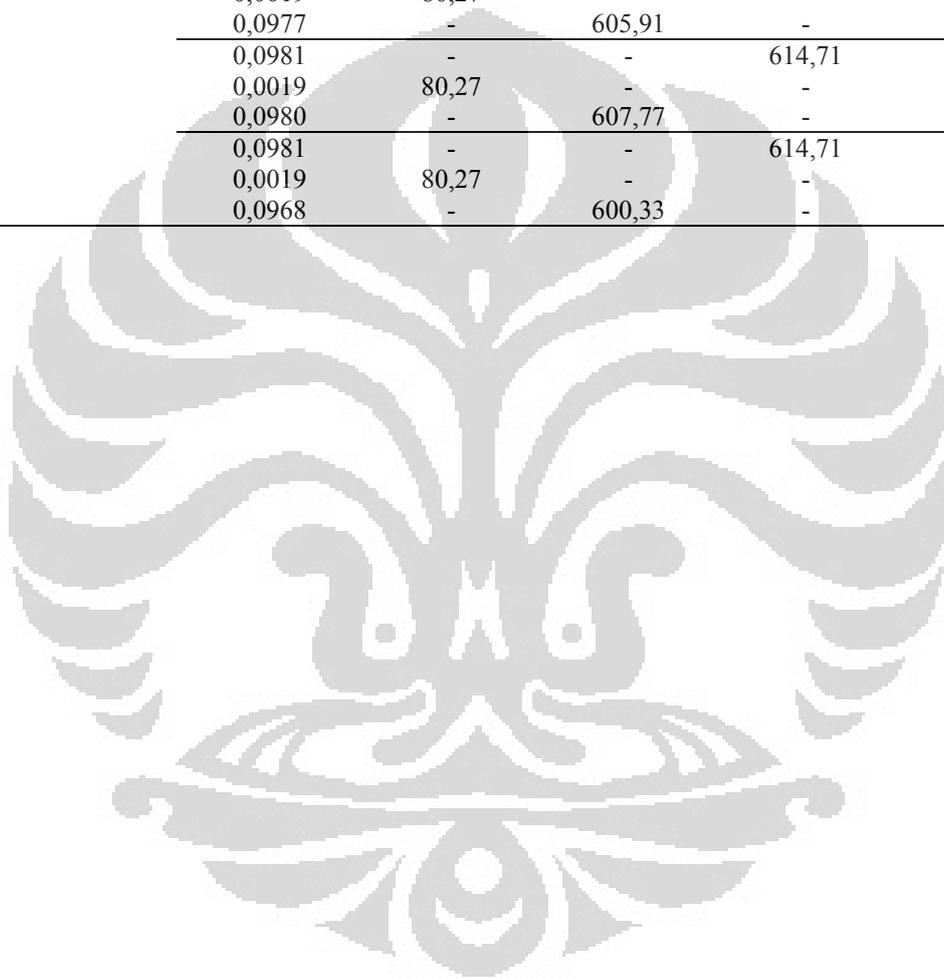


Tabel 4.12 Data uji perolehan kembali tembaga pada pewarna rambut merek B

Konsentrasi (ppb)	Serapan	C ₁ (ppb)	C ₂ (ppb)	S (ppb)	UPK (%)
25,35	0,0006	-	-	33,67	86,54
	0,0019	80,27	-	-	
	0,0141	-	109,41	-	
	0,0006	-	-	33,67	95,18
	0,0019	80,27	-	-	
	0,0145	-	112,32	-	
	0,0006	-	-	33,67	81,94
	0,0019	80,27	-	-	
	0,0139	-	107,86	-	
	0,0006	-	-	33,67	98,06
	0,0019	80,27	-	-	
	0,0146	-	113,29	-	
0,0006	-	-	33,67	105,01	
0,0019	80,27	-	-		
0,0149	-	115,62	-		
0,0006	-	-	33,67	91,17	
0,0019	80,27	-	-		
0,0143	-	110,97	-		
354,9	0,0547	-	-	356,07	92,91
	0,0019	80,27	-	-	
	0,0637	-	411,12	-	
	0,0547	-	-	356,07	92,01
	0,0019	80,27	-	-	
	0,0632	-	407,89	-	
	0,0547	-	-	356,07	93,27
	0,0019	80,27	-	-	
	0,0639	-	412,41	-	
	0,0547	-	-	356,07	92,55
	0,0019	80,27	-	-	
	0,0635	-	409,83	-	
	0,0547	-	-	356,07	93,45
	0,0019	80,27	-	-	
	0,0640	-	413,05	-	
	0,0547	-	-	356,07	94,36
	0,0019	80,27	-	-	
	0,0645	-	416,28	-	

Lanjutan Tabel 4.12

608,4	0,0981	-	-	614,71	85,10
	0,0019	80,27	-	-	
	0,0973	-	603,43	-	
	0,0981	-	-	614,71	86,21
	0,0019	80,27	-	-	
	0,0984	-	610,26	-	
	0,0981	-	-	614,71	85,91
	0,0981	80,27	-	-	
	0,0981	-	608,40	-	
	0,0981	-	-	614,71	85,51
	0,0019	80,27	-	-	
	0,0977	-	605,91	-	
	0,0981	-	-	614,71	85,81
	0,0019	80,27	-	-	
	0,0980	-	607,77	-	
	0,0981	-	-	614,71	84,60
	0,0019	80,27	-	-	
	0,0968	-	600,33	-	



Tabel 4.13 Data penentuan kadar timbal dalam pewarna rambut merek A dan B

Sampel	Serapan	Kadar (ppb)	Berat (gram)	Kadar timbal dalam sampel (mg/kg)	Kadar timbal rata-rata dalam sampel \pm SD (mg/kg)
Merek A	0,0049	288,34	1,0763	2,6789	2,8223 \pm 0,3848
	0,0045	264,80	1,0467	2,5298	
	0,0063	367,20	1,1269	3,2584	
Merek B	0,0026	160,72	1,0612	1,5145	1,5423 \pm 0,0247
	0,0027	166,90	1,0763	1,5506	
	0,0020	156,92	1,0046	1,5620	

Tabel 4.14 Data penentuan kadar tembaga dalam pewarna rambut merek A dan B

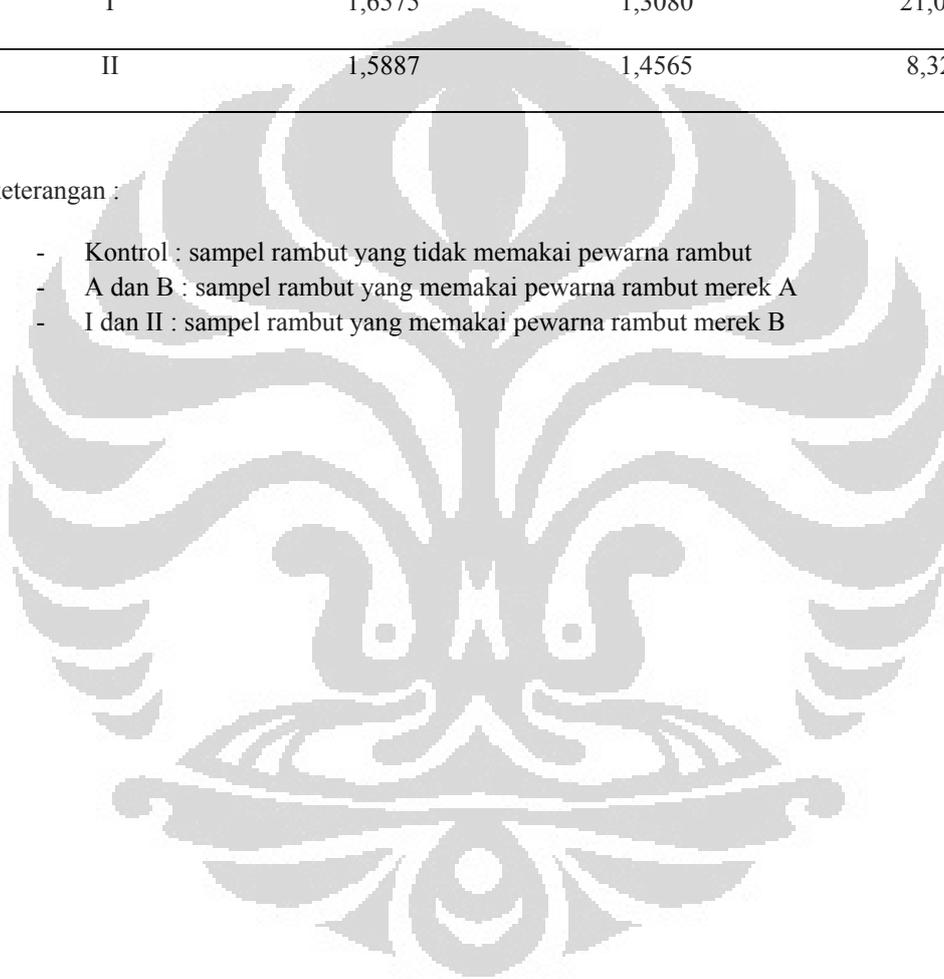
Sampel	Serapan	Kadar (ppb)	Berat (gram)	Kadar tembaga dalam sampel (mg/kg)	Kadar tembaga rata-rata dalam sampel \pm SD (mg/kg)
MEREK A	0,0986	611,50	1,0763	5,6815	5,5286 \pm 0,2601
	0,0958	594,13	1,0467	5,6762	
	0,0950	589,17	1,1269	5,2282	
MEREK B	0,0019	80,72	1,0612	0,7606	0,5796 \pm 0,1669
	0,0011	46,47	1,0763	0,4317	
	0,0013	54,92	1,0046	0,5466	

Tabel 4.15 Susut pengeringan sampel rambut

Sampel	Bobot awal (gram)	Bobot kering (gram)	Susut pengeringan (%)
Kontrol	1,6413	1,5095	8,03
A	1,5876	1,3839	12,83
B	1,5916	1,4536	8,67
I	1,6575	1,3080	21,08
II	1,5887	1,4565	8,32

keterangan :

- Kontrol : sampel rambut yang tidak memakai pewarna rambut
- A dan B : sampel rambut yang memakai pewarna rambut merek A
- I dan II : sampel rambut yang memakai pewarna rambut merek B



Tabel 4.16 Data penentuan kadar timbal dalam sampel rambut

Sampel	Serapan	Kadar (ppb)	Berat (gram)	Kadar timbal dalam sampel (bobot kering) (mg/kg)	persentase susut pengeringan (%)	Kadar timbal rata-rata dalam sampel (bobot basah) (mg/kg)	Kadar timbal rata-rata dalam sampel \pm SD (mg/kg)
Kontrol	0,0001	10,2	0,4419	0,2308	8,03	0,2122	0,2104 \pm 0,0027
	0,0001	10,2	0,4523	0,2255		0,2073	
	0,0001	10,2	0,4426	0,2304		0,2118	
I	0,0004	40,80	0,4313	0,9459	21,08	0,7465	1,1269 \pm 0,3524
	0,0009	70,61	0,4676	1,5100		1,1916	
	0,0011	86,30	0,4721	1,8280		1,4426	
II	0,0011	86,30	0,4862	1,7749	8,32	1,6272	1,6270 \pm 0,1462
	0,0010	78,46	0,4858	1,6150		1,4806	
	0,0012	94,15	0,4867	1,9344		1,7734	
A	0,0039	241,09	0,4735	5,0916	12,83	4,4383	4,1409 \pm 0,4251
	0,0032	197,81	0,4719	4,1917		3,6539	
	0,0038	234,90	0,4728	4,9682		4,3307	
B	0,0044	258,92	0,4881	5,3484	8,67	4,8846	5,0923 \pm 0,1947
	0,0047	276,57	0,4932	5,6076		5,1214	
	0,0050	294,23	0,5098	5,7714		5,2710	

Tabel 4.17 Data penentuan kadar tembaga dalam sampel rambut

Sampel	Serapan	Kadar (ppb)	Berat (gram)	Kadar tembaga dalam sampel (bobot kering) (mg/kg)	persentase susut pengeringan (%)	Kadar timbal rata-rata dalam sampel (bobot basah) (mg/kg)	Kadar tembaga rata-rata dalam sampel \pm SD (mg/kg)
Kontrol	0,0105	81,48	0,4419	1,8438	8,03	1,6957	1,6549 \pm 0,0416
	0,0105	81,48	0,4523	1,8014		1,6567	
	0,0100	77,60	0,4426	1,7532		1,6124	
I	0,0287	199,32	0,4313	4,6213	21,08	3,6471	3,3623 \pm 0,2649
	0,0283	196,54	0,4676	4,2031		3,3170	
	0,0269	186,82	0,4721	3,9572		3,1230	
II	0,0275	190,99	0,4862	3,9282	8,32	3,6013	3,6481 \pm 0,1703
	0,0293	203,33	0,4858	4,1854		3,8371	
	0,0268	186,13	0,4867	3,8243		3,5061	
A	0,0686	442,74	0,4735	9,3503	12,83	8,1506	7,9294 \pm 0,2861
	0,0638	411,76	0,4719	8,7255		7,6060	
	0,0675	435,64	0,4728	9,2140		8,0318	
B	0,0795	513,09	0,4881	10,5119	8,67	9,6005	9,5050 \pm 0,1676
	0,0845	524,05	0,4932	10,6255		9,7042	
	0,0829	514,13	0,5098	10,0849		9,2105	

