

ANALISIS Pb PADA SEDIAAN EYESHADOW DARI PASAR KIARACONDONG DENGAN METODE SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM

FENTI FATMAWATI¹, AYUMULIA²

¹Program Studi Farmasi, Sekolah Tinggi Farmasi Bandung.
email: fenti.fatmawati@stfb.ac.id.

²Mahasiswa Program Studi Farmasi, Sekolah Tinggi Farmasi Bandung

ABSTRAK

Dalam penelitian ini telah dilakukan analisis timbal (Pb) pada sediaan kosmetik *eyeshadow* yang berasal dari Pasar Kiaracondong Kota Bandung dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom. Sampel diambil secara acak dari *eyeshadow* yang teregisterasi BPOM dan yang tidak teregisterasi BPOM. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk menentukan kadar dari logam Timbal (Pb) pada sediaan kosmetik *eyeshadow* yang didapatkan dari pasar Kiaracondong Bandung serta untuk menentukan keamanan pada sediaan tersebut yang beredar dengan mengacu pada ketentuan BPOM. Hasil pengujian didapatkan bahwa kadar sampel *eyeshadow* yang tidak teregisterasi yaitu 127.356 ; 16.194 dan 6.864 bpj. Dari ketiga sampel tersebut terdapat 1 sampel yang tidak aman untuk digunakan yaitu sampel ESTR1. Kadar sampel *eyeshadow* yang teregisterasi yaitu 3.801; 7.605 dan 2.331 bpj dan ketiganya dinyatakan aman digunakan.

Kata kunci: Pb, SSA, *eyeshadow*, validasi metode

1. LATAR BELAKANG

Kosmetik tidak hanya digunakan untuk fungsi estetika, akan tetapi berperan dalam penyembuhan dan perawatan kulit. Meski bukan kebutuhan primer namun kosmetik merupakan salah satu produk yang digunakan secara rutin dan terus-menerus oleh manusia (Erasiska, 2015). Kosmetik menjadi sesuatu yang cukup penting khususnya bagi wanita.

Eyeshadow atau perona mata adalah salah satu kosmetik yang sangat digemari kaum hawa. Penggunaan *Eyeshadow* adalah di kelopak mata dan di bawah alis. Kosmetik ini digunakan dengan tujuan untuk membuat mata lebih terlihat menarik. *Eyeshadow* merupakan sediaan kosmetik yang berisi pigmen warna. Pada kosmetik, logam seperti timbal (Pb), arsen (Ar), kadmium (Cd), nikel seringkali ditemukan sebagai bahan dasar pembuatan kosmetik atau pengotor. Timbal atau plumbum merupakan [unsur kimia](#) yang

memiliki lambang Pb dan [nomor atom](#) 82. Timbal (Pb) dapat ditemukan di sekitar kita. Industri memproduksi sekitar 2,5 juta ton timbal per tahunnya. Sebagian besar timbal berasal dari aktivitas manusia seperti pertambangan, manufaktur dan pembakaran bahan bakar fosil. Unsur Pb digunakan dalam bidang industri modern sebagai bahan pembuatan pipa air yang tahan korosi, bahan pembuat cat, baterai, dan campuran bahan bakar bensin tetraetil. Timbal (Pb) adalah logam yang mendapat perhatian khusus karena sifatnya yang [toksik](#) (beracun) terhadap manusia. Timbal (Pb) dapat masuk ke dalam tubuh melalui konsumsi makanan, minuman, udara, air, serta debu yang tercemar Pb (Lawrence, 2012). Menurut Jaya et al, (2013) penggunaan timbal (Pb) biasanya ditambahkan untuk sediaan warna. Kandungan logam berat pada kosmetik memiliki efek samping jika digunakan dalam kadar yang berlebih karena logam

berat akan berpenetrasi lalu terabsorpsi dengan kulit. Logam berat akan masuk ke dalam aliran darah sehingga mengakibatkan gangguan pada kesehatan.

Menurut Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor 17 tahun 2014 tentang persyaratan cemaran mikroba dan logam berat dalam kosmetika bahwa batas aman cemaran untuk logam berat timbal (Pb) adalah tidak lebih dari 20 bpj. Masyarakat perlu dilindungi dari peredaran kosmetika yang tidak memenuhi persyaratan keamanan, kemanfaatan dan mutu karena kosmetika yang mengandung logam berat melebihi persyaratan dapat merugikan dan/atau membahayakan kesehatan masyarakat itu sendiri.

Dalam penelitian ini telah dilakukan validasi metode dan penentuan kadar logam berat timbal. Validasi metode dilakukan untuk mengevaluasi dan memastikan bahwa metode tersebut mampu menghasilkan data yang valid dan sesuai dengan tujuan (Riyanto, 2014).

Untuk itu tujuan dari penelitian ini adalah untuk menentukan kadar dari logam Timbal (Pb) pada sediaan kosmetik *eyeshadow* yang didapatkan dari pasar Kiaracondong Bandung serta untuk menentukan keamanan pada sediaan tersebut yang beredar dengan mengacu pada ketentuan BPOM.

2. METODE PENELITIAN

Jenis penelitian ini bersifat eksperimen dan telah dilakukan penentuan kadar logam berat timbal (Pb) dalam

sediaan kosmetik *eyeshadow* yang teregisterasi dan yang tidak teregisterasi BPOM. Sampel berasal dari Pasar Kiaracondong Bandung. Pengujian menggunakan metode Spektrofotometri Serapan Atom. Tahapan yang dilakukan dalam penelitian ini adalah pengumpulan sampel yang diperdagangkan di Pasar Kiaracondong Kota Bandung secara acak, destruksi sampel, uji kuantitatif meliputi validasi metode dan penentuan kadar timbal dan kadmium pada sampel.

Pengumpulan Sampel

Sampel diambil secara acak dari Pasar Kiaracondong Bandung. Sampel *eyeshadow* yang diambil mewakili sampel yang beredar di pasar tersebut dimana sampel *eyeshadow* diambil sebanyak 6 sampel yaitu 3 sampel *eyeshadow* teregisterasi dan 3 sampel tidak teregisterasi BPOM.

Preparasi Sampel dengan Destruksi Kering

Sampel dipanaskan dalam oven pada suhu 110°C selama 1 jam lalu didinginkan dalam desikator selama 15 menit. Setelah itu, dipanaskan kembali ke dalam oven dengan suhu 320°C selama 2 jam. Sampel didinginkan dalam desikator selama 15 menit. Selanjutnya, sampel ditambahkan dengan 2 mL HCl 10 N hingga abu sampel terendam. Setelah itu sampel dipanaskan sampai larutan abu tersebut membentuk karamel. Karamel tersebut lalu dilarutkan menggunakan HNO₃ 0,1 N ke dalam labu ukur 25 mL sampai tanda batas. Larutan sampel

disaring ke dalam botol dan siap dianalisis.

Pembuatan Larutan Induk Timbal

Larutan induk $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1000 bpj dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL sebanyak 2,5 mL. Kemudian ditambahkan larutan HNO_3 0.5 M hingga tanda batas sehingga diperoleh konsentrasi 100 bpj. Dibuat larutan induk $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 10 bpj yang dipipet sebanyak 5 mL dari larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 100 bpj, lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL, ditambahkan aquades hingga tanda batas.

Validasi Metode Analisis

Pembuatan Kurva Kalibrasi Timbal

Larutan induk $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dipipet sebanyak 1,25 ; 2,5 ; 5 ; 10 ; 15 dan 20 mL. Masing-masing larutan dimasukkan ke dalam enam buah labu ukur 25 mL yang berbeda kemudian diencerkan dengan aqua dm sampai tanda batas lalu dihomogenkan. Diperoleh larutan dengan konsentrasi 0,5 ; 1 ; 2 ; 4 ; 6 dan 8 bpj. Larutan standar timbal pada masing-masing konsentrasi tersebut diukur serapannya menggunakan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 283,3 dan hasil absorbansinya diplotkan ke dalam kurva kalibrasi.

Uji Linieritas

Membuat satu seri larutan timbal dengan konsentrasi tertentu. Masing-masing konsentrasi diukur serapannya menggunakan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 283,3 nm untuk pengukuran logam timbal.

Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi

Untuk menghitung batas deteksi dan batas kuantitasi dihitung menggunakan data hasil kurva kalibrasi timbal yang dibuat dari satu seri larutan dengan konsentrasi tertentu

Uji Presisi

Pada uji presisi menggunakan metode adisi dengan menambahkan 1 konsentrasi tertentu pada larutan sampel kemudian diukur secara berulang sebanyak 6x dan dihitung nilai simpangan baku relatifnya.

Uji Akurasi

Penentuan akurasi ini menggunakan metode adisi dengan menambahkan beberapa konsentrasi tertentu pada larutan sampel kemudian diukur secara berulang sebanyak 3x dan dihitung % perolehan kembali serta nilai simpangan baku relatifnya.

Penentuan Kadar Logam Timbal pada Sampel

Larutan sampel hasil destruksi dianalisis menggunakan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 283,3 nm untuk mengukur kadar timbalnya.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini telah dilakukan pengujian logam berat timbal pada kosmetik *eyeshadow* yang beredar di pasar kiaracondong Bandung. Terdapat 6 buah sampel yang terdiri dari 3 sampel yang teregisterasi BPOM dan 3 sampel yang tidak teregisterasi BPOM. Baik sampel teregisterasi maupun yang tidak

teregerasi diberikan kode penamaan yang dapat dilihat pada tabel 1 di bawah ini.

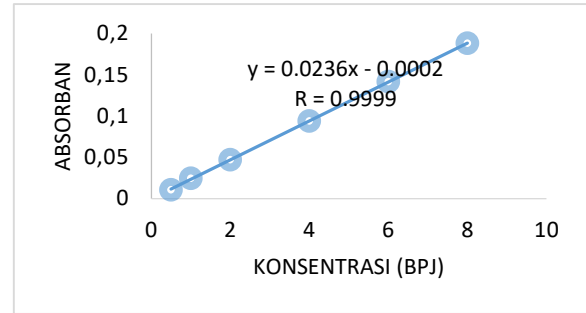
Tabel 1. Kode sampel *eyeshadow*

Sampel	Kode
Merk tidak teregisterasi BPOM	ESTR1
	ESTR2
	ESTR3
Merk teregisterasi BPOM	ESR1
	ESR2
	ESR3

Sampel *eyeshadow* didestruksi menggunakan metode destruksi kering. Proses destruksi bertujuan mengubah sampel menjadi materi yang dapat diukur sehingga unsur yang terkandung di dalamnya dapat dianalisis. Destruksi kering ini merombak logam organik menjadi anorganik dengan cara pengabuan menggunakan suhu pemanasan tertentu.

Linieritas

Masing-masing konsentrasi diukur serapannya menggunakan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 283,3 nm untuk pengukuran logam timbal. Hasil dari pengukuran absorban tersebut selanjutnya dibuat kurva hubungan antara konsentrasi dan absorban yang menghasilkan persamaan regresi linier untuk timbal yaitu $y = 0.0236x - 0.0002$ dengan koefisien korelasi (r) adalah 0.9999.



Gambar 1. Kurva kalibrasi logam timbal

Dari data kurva kalibrasi diperoleh nilai r yang mendekati 1 sehingga kurva kalibrasi logam timbal tersebut memberikan nilai linieritas yang baik. Selain itu, harga koefisien korelasi tersebut menandakan bahwa garis yang terbentuk hampir lurus sehingga dapat dikatakan bahwa kurva membentuk hubungan linier yang ideal dan penetapan kadar dengan kurva kalibrasi terjamin kebenarannya.

Uji Parameter Batas Deteksi dan batas Kuantisasi

Dari data hasil diperoleh batas deteksi dan batas kuantisasi untuk logam timbal masing-masing sebesar 0,106 dan 0,356. Perhitungan dilakukan secara statistik melalui garis regresi linier dari kurva kalibrasi. Batas deteksi yang menyatakan konsentrasi analit terendah dalam sampel yang masih dapat terdeteksi, sedangkan batas kuantisasi menyatakan konsentrasi analit terendah dalam sampel yang dapat ditentukan secara kuantitatif pada tingkat ketelitian dan ketepatan yang baik.

Uji Presisi dan Akurasi

Penentuan akurasi dan presisi dapat ditentukan dengan % perolehan kembali dan nilai % simpangan baku relatif (SBR)

yang menggunakan metode adisi yaitu penambahan larutan standar timbal ke dalam sampel dengan tiga konsentrasi yang berbeda yaitu konsentrasi rendah, sedang dan tinggi, tanpa diperlukan pengukuran blanko. Uji akurasi dan presisi menggunakan metode adisi dan dibuat 3 replika dengan perlakuan yang sama untuk akurasi dan presisi intraday dengan

masing-masing konsentrasi 1 bpj, 4 bpj dan 7 bpj. Sedangkan untuk presisi interday sampel dibuat 6 replika dengan 1 konsentrasi saja yaitu 1 bpj Dalam penelitian ini presisi dan akurasi ini dilakukan dengan 2 cara yaitu intraday dan interday. Hasil % perolehan kembali dan % simpangan baku relatif dapat dilihat pada tabel 2:

Tabel 2. Uji akurasi dan presisi intraday logam timbale

Konsentrasi standar yang ditambahkan (ppm)	Sampel	% perolehan kembali	% SBR
1	ESTR ₁	103.7807	0.0456
	ESTR ₂	102.1035	0.4444
	ESTR ₃	83.6048	0.7570
	ESR ₁	112.3835	0
	ESR ₂	118.0356	0
	ESR ₃	111.5001	2.0401
4	ESTR ₁	95.6646	0.0112
	ESTR ₂	107.9017	2.0168
	ESTR ₃	114.0742	0.5899
	ESR ₁	114.3899	0
	ESR ₂	93.9031	0
	ESR ₃	96.7205	0.6188
7	ESTR ₁	104.4929	0.1051
	ESTR ₂	91.4117	0.5373
	ESTR ₃	90.1983	0.4074
	ESR ₁	99.1598	0.01619
	ESR ₂	107.6339	0.0599
	ESR ₃	98.9521	0.6508

Tabel 3. Uji presisi interday logam timbale

Sampel	X	SD	% SBR
ESTR ₁	18.10142	0.2414	1.3336
ESTR ₂	6.21844	0.1482	1.7665
ESTR ₃	6.1194	0.1546	1.953
ESR ₁	5.899291	0.0453	0.1739
ESR ₂	5.643972	0.0591	0.3101
ESR ₃	5.771631	0.0703	0.4287

Berdasarkan pengerjaan akurasi dan presisi logam timbal didapatkan hasil perhitungan untuk akurasi dari ketiga konsentrasi yang berbeda yaitu rendah,

sedang dan tinggi. Didapatkan nilai % perolehan kembali sebesar 90-120%. Sedangkan dalam presisi dapat dilihat dari nilai %SBR yang memenuhi syarat yang

ditentukan nilai % SBRnya $\leq 2\%$. Sehingga hasil uji akurasi dan presisi memenuhi syarat.

Penentuan Kadar Logam Timbal Dalam Sampel

Logam berat timbal ini terdeteksi pada semua merk sediaan kosmetik

eyeshadow baik yang tidak terregistrasi BPOM ataupun terregistrasi BPOM yang telah dianalisis dengan Spektrofotometer Serapan Atom dan diperoleh kadar logam yang berbeda-beda.

Tabel 4. Hasil pengukuran logam timbale

Sampel	Bpj dalam sampel	Sampel	Bpj dalam sampel
ESTR ₁	127.356	ESR ₁	3.801
ESTR ₂	16.194	ESR ₂	7.605
ESTR ₃	6.864	ESR ₃	2.331

Berdasarkan hasil pengukuran kadar logam berat timbal pada *eyeshadow* yang tidak teregisterasi diperoleh kadar sebesar 127.356 ; 16.194 dan 6.864 bpj dengan kode sampel berturut-turut ESTR1, ESTR2 dan ESTR3. Dari ketiga sampel yang tidak teregistersi terdapat 1 sampel yang tidak aman untuk digunakan yaitu sampel ESTR1. Persyaratan cemaran logam berat timbal (Pb) dalam kosmetika menurut Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor 17 tahun 2014 adalah tidak lebih dari 20 bpj.

Sedangkan hasil pengukuran kadar logam berat Pb pada *eyeshadow* yang teregisterasi diperoleh kadar sebesar 3.801 ; 7.605 dan 2.331 bpj dengan kode sampel berturut-turut adalah ESR1, ESR2 dan ESR3. Ketiga sampel yang teregisterasi aman untuk digunakan karena masih dibawah ambang batas cemaran yang diperbolehkan BPOM.

4. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian, diperoleh data kadar timbal sampel *eyeshadow* yang tidak teregisterasi yaitu 127.356 ; 16.194 dan 6.864 bpj. Dari ketiga sampel tersebut terdapat 1 sampel yang tidak aman untuk digunakan yaitu sampel ESTR1. Kadar sampel *eyeshadow* yang teregisterasi yaitu 3.801; 7.605 dan 2.331 bpj dan ketiganya dinyatakan aman digunakan.

5. UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Sekolah Tinggi Farmasi Bandung (STFB) yang telah memberikan support sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian ini.

6. DAFTAR PUSTAKA

Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia nomor 17 Tahun 2014 Tentang Perubahan Atas Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Nomor

- HK.03.1.23.07.11.6662 Tahun 2011 Tentang Persyaratan Cemarkan Mikroba dan Logam Berat Dalam Kosmetika.
- Erasiska, e. (2015). Analisis Kandungan Logam Timbal, Kadmium, dan Merkuri dalam Produk Krim Pemutih Wajah. *JOM FMIPA*, 2(1), 123-129.
- Jaya, F. e. (2013). Penetapan Kadar Pb pada Shampoo Berbagai Merk dengan Metode Spektrofotometer Serapan Atom. *pharmaciana*, 3.
- Lawrence, W.M.D., 2012. Toxic Metals, the Center for Development. Retrieved from: <http://drlwilson.com/articles/TOXIC%20METALS.htm>. (diakses juli 2017).
- Riyanto. (2014). Validasi dan Verifikasi Metode Uji. Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi .Yogyakarta: Deepublish.