



Analysis of Lead (Pb) Contamination in Lipstick and Eye Shadow Powder Circulating in the King Street Market in Bandar Lampung Using UV-Visible Spectrophotometer Method

Alya Pinahayu Sakanthi, Syaikhul Aziz, Salsa Nabila Ahlika Ulya, Winni Nur Auli ✉

Fakultas Sains, Program Studi Farmasi, Institut Teknologi Sumatera
Gedung F Ruang 210 Jln Terusan Ryacudu Desa Way Hui, Jati Agung, Lampung Selatan, Lampung, Indonesia
35365 Telp. (024)8508112

Info Artikel

Diterima : 04-06-2024

Disetujui : 12-08-2024

Dipublikasikan : 25-11-2024

Keywords:

Lipstick

Eye shadow

Timbal

Spektrofotometer Uv-Visible

Validasi metode

Abstrak

Lipstik dan *eye shadow* adalah kosmetik yang sering digunakan oleh wanita setiap hari. Beberapa produk kosmetik mengandung logam berat seperti timbal. Penelitian ini bertujuan memvalidasi metode Spektrofotometer *UV-Visible* untuk menetapkan kadar timbal pada lipstik dan *eye shadow*. Preparasi sampel dilakukan dengan destruksi basah tertutup menggunakan refluks. Sampel terdiri dari 5 lipstik dan *eye shadow* dari Pasar Lorong King Bandar Lampung. Penetapan kadar timbal dilakukan dengan spektrofotometer *UV-Visible* setelah validasi metode. Parameter validasi mencakup selektivitas, linearitas (koefisien korelasi = 0,998), akurasi (%recovery = 99-100%), presisi (%RSD = < 2% untuk semua percobaan), batas deteksi 0,044 µg/mL, dan batas kuantitas 0,148 µg/mL, yang memenuhi syarat validitas. Kadar timbal dalam lipstik berada dalam rentang ±6,000-11,000 µg/gram, sedangkan *eye shadow* dalam rentang ±5,000-10,000 µg/gram. Hasil menunjukkan kadar timbal pada lipstik dan *eye shadow* melebihi batas BPOM RI yaitu maksimum 20 µg/gram.

Abstract

Lipsticks and eye shadows are cosmetics frequently used by women every day. Some cosmetic products contain heavy metals like lead. This study aims to validate the UV-Visible Spectrophotometer method for analyzing lead in cosmetics and determine the lead content in lipsticks and eye shadows. Sample preparation was conducted using closed wet digestion with reflux. The samples consisted of 5 lipsticks and eye shadows from the King Street Market in Bandar Lampung. Lead content was determined using a UV-Visible spectrophotometer after method validation. Validation parameters included selectivity, linearity (correlation coefficient = 0.998), accuracy (% recovery = 99-100%), precision (%RSD = < 2% for all experiments), detection limit 0.044 µg/mL, and quantitation limit 0.148 µg/mL, all of which met validity criteria. Lead levels in lipsticks ranged from ±6,000 to 11,000 µg/gram, while in eye shadows, they ranged from ±5,000 to 10,000 µg/gram. The results indicate that lead levels in lipsticks and eye shadows exceed the BPOM RI limit of 20 µg/gram.

© 2024 Universitas Negeri Semarang

✉ Alamat korespondensi:
Gedung F Ruang 210 Program
Studi Farmasi, Institut Teknologi
Sumatera Lampung 35365
E-mail: winni.auli@fa.itera.ac.id

p-ISSN 2252-6951
e-ISSN 2502-6844

Pendahuluan

Kosmetik adalah zat atau preparat yang ditujukan untuk pemakaian pada bagian luar tubuh manusia (epidermis, rambut, kuku, bibir, alat kelamin luar) atau pada gigi dan mukosa mulut, khususnya untuk membersihkan, mengharumkan, mengubah penampilan dan/atau tubuh. bau, memperbaiki atau melindungi atau mengkondisikan tubuh (Kemenkes;2010). Kosmetik bersifat dekoratif dan kosmetik dimaksudkan untuk membuat seseorang terlihat lebih menarik dan menutupi kekurangan yang dimiliki seseorang. Jenis-jenis kosmetik sendiri sangat beragam salah satunya adalah sediaan rias bibir dan mata. Kosmetik yang termasuk sediaan rias mata adalah perona kelopak mata (*eye shadow powder*). *Eye shadow powder* adalah sediaan yang digunakan untuk memberikan warna pada kelopak mata supaya mata lebih terlihat menarik. Sedangkan kosmetik rias bibir yang sering digunakan oleh masyarakat adalah lipstik. Lipstik sendiri merupakan sediaan yang digunakan pada bibir untuk memberikan warna yang lebih menarik sehingga dapat meningkatkan kepercayaan diri seseorang. Pengguna kosmetik biasanya memiliki beberapa koleksi untuk satu jenis sediaan saja sehingga penggunaan kosmetik di masyarakat patut diperhatikan (Wardani;2021).

Kosmetik dapat tercemar logam berat dari kontaminasi bahan baku atau penggunaan pigmen berwarna, serta penggunaan alat-alat produksi kosmetik tersebut. Lipstik dan *eye shadow powder* yang memiliki kandungan logam berat timbal (Pb) akan lebih mudah terserap atau logam berat tersebut lebih mudah masuk ke dalam tubuh dan ketika digunakan secara terus menerus akan terakumulasi hingga membahayakan tubuh itu sendiri (Sadikin;2001). Pada tahun 2014 BPOM RI mendapatkan 68 kosmetik mengandung bahan berbahaya dan salah satu bahan berbahaya tersebut adalah cemaran logam berat Pb sehingga penelitian ini mengambil logam berat Pb yang akan dianalisis dalam kosmetik lipstik dan *eye shadow powder* (BPOM;2014). Hal ini dikarenakan timbal (Pb) dapat bersifat toksik bagi tubuh. Timbal sendiri biasanya digunakan untuk sediaan pewarna sehingga dalam kosmetik penggunaan pigmen warna perlu diperhatikan kandungannya (Fatmawati,*et al.*;2017). Berdasarkan peraturan yang ada kadar timbal dalam kosmetik tidak boleh lebih dari 20 µg/gram (BPOM;2011).

Penelitian ini bertujuan untuk memvalidasi metode spektrofotometer *UV-Vis* untuk penetapan kadar timbal (Pb) dalam sediaan lipstik dan *eye shadow powder* dan menetapkan kadar timbal (Pb) dalam sediaan kosmetik lipstik dan *eye shadow powder* yang beredar di Pasar Lorong King Bandar Lampung dengan menggunakan Spektrofotometer *UV-Vis*. Secara umum penelitian ini dapat memberikan informasi kepada masyarakat tentang adanya kandungan timbal (Pb) yang berlebih pada sediaan kosmetik terutama lipstik dan *eye shadow powder* sehingga diharapkan masyarakat dapat lebih berhati-hati dalam memilih jenis kosmetik yang akan digunakan. Secara khusus penelitian ini dapat memberikan informasi kepada peneliti selanjutnya bahwa metode analisis dengan spektrofotometer *UV-Vis* dapat digunakan untuk menganalisis kandungan timbal (Pb) dalam sediaan kosmetik terutama lipstik dan *eye shadow powder*.

Metode

Jenis Penelitian

Jenis penelitian ini bersifat eksperimen yaitu dengan melakukan analisis cemaran timbal dengan spektrofotometer *UV-Visible* dengan menggunakan metode destruksi basah tertutup untuk menentukan kadar logam timbal pada lipstik dan *eye shadow powder*.

Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian analisis cemaran logam berat timbal pada lipstik dan *eye shadow powder* dengan menggunakan spektrofotometer *UV-Vis* dilakukan di Laboratorium Fitokimia Institut Teknologi Sumatera. Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Februari hingga Juli 2022.

Sampel

Sampel diambil secara random sampling terdiri dari lima lipstik dan lima *eye shadow powder* yang beredar di Pasar Lorong King, Bandar Lampung.

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah spektrofotometer *UV-Vis* (*Genesys 150 IXX 9A5X215008*), kuvet kuarsa, timbangan analitik, lemari asam, pH meter, peralatan gelas laboratorium, penangas air, ayakan mesh 100, oven, dan seperangkat alat refluks.

Bahan-bahan yang akan digunakan dalam penelitian adalah larutan standar $Pb(NO_3)_2$ (Merck), HNO_3 65%, HCl 37%, akuades, pereaksi alizarin sulfonat (Merck), kertas saring Whatman No. 42, asam asetat glasial, natrium asetat, matriks sampel lipstik (beeswax, castor oil, lanolin), dan matriks sampel *eye shadow powder* (talk, zinc oksida, kaolin, lanolin, metil dan propil paraben).

Prosedur Pengembangan dan Validasi Metode Pengambilan Sampel Uji

Sampel uji yang digunakan adalah lima lipstik dan lima *eye shadow powder* yang dibeli secara random atau acak dari toko atau kios kosmetik di Pasar Lorong King Bandar Lampung.

Preparasi Sampel

Preparasi sampel pada penelitian ini dilakukan dengan metode destruksi basah tertutup. Ditimbang masing-masing sampel 100 mg. Kemudian dimasukkan ke labu alas bulat dan ditambahkan zat pengoksidasi yaitu campuran asam HNO₃ 65% dan HCl 37% sebanyak 30 ml dengan perbandingan 1:2. Lalu sampel dipanaskan dengan refluks pada suhu 100°C. Proses ini dilakukan hingga larutan berwarna jernih. Larutan hasil destruksi didinginkan pada suhu ruang. Setelah dingin larutan dimasukkan ke labu ukur 50 ml dan diencerkan dengan aquades hingga batas tara, lalu disaring dengan kertas saring Whatman No. 42 (Wardani;2020).

Uji Kualitatif Timbal

Disiapkan tabung reaksi dimana masing-masing sampel hasil destruksi dimasukkan ke tabung reaksi yang berbeda dan ditambahkan HCl sebanyak 2-3 tetes dan diamati hasilnya. Jika terbentuk endapan putih maka sampel positif mengandung logam Pb. Dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali (Alawiyah;2021).

Pembuatan Larutan Standar

a. Pembuatan Larutan Baku Pb(NO₃)₂

Dilartukan 10 mg timbal dengan aquades ke labu ukur 100 ml dan ditambahkan aquades hingga batas tara. Sehingga didapatkan larutan baku dengan konsentrasi 100 µg/mL (Rohmah;2021).

b. Pembuatan Pereaksi Alizarin Sulfonat

Ditimbang 10 mg alizarin sulfonat lalu dilarutkan dengan aquades dalam labu ukur 100 ml dan ditambah aquades hingga batas tara (Rohmah;2021)

c. Pembuatan Dapar Asetat

Ditimbang natrium asetat sebanyak 5,4 gram dimasukkan ke dalam gelas kimia dan ditambahkan aquades 50 ml. Larutan dihomogenkan dan di cek pH larutan, jika belum mencapai pH 4 maka ditambahkan asam asetat hingga pH larutan tersebut menjadi 4 lalu pindahkan ke labu ukur 100 ml (Farmakope VI;2020).

Optimasi Panjang Gelombang Maksimum

Disiapkan labu ukur lalu 10 ml, dimasukkan larutan baku timbal sebanyak 1 ml pada labu ukur. Kemudian ditambahkan dapar asetat dengan pH 4 sebanyak 2 ml dan pereaksi alizarin sulfonat 6 ml. Campuran ini diukur dengan spektrofotometer UV-Visible dan ditentukan panjang gelombang maksimumnya (Rahmawanty;2019).

Pembuatan Matriks Lipstik dan Eye Shadow Powder

a. Matriks Lipstik

Ditimbang 10 gram beeswax, 2 gram lanolin, dan 1,5 ml castor oil dan dimasukkan ke dalam cawan penguap lalu dileburkan diatas penangas air. Campuran tersebut diaduk hingga homogen dan dibiarkan hingga campuran tersebut dingin (Adliani;2012).

b. Matriks Eye Shadow Powder

Dipanaskan lanolin yang sudah ditimbang sebanyak 1 gram hingga mencair. Bahan-bahan serbuk seperti zinc oksida, kaolin, metil paraben dan propil paraben dimasukkan ke dalam lumpang lalu ditambahkan talk sedikit demi sedikit hingga homogen. Lanolin yang sudah dicairkan dimasukkan ke dalam lumpang berisi campuran lalu digerus dan dihomogenkan. Campuran tersebut dikeringkan di dalam oven pada suhu 50°C selama 20 menit. Setelah campuran kering diayak menggunakan mesh 100 dan dimasukkan ke dalam wadah (Rahmatunnisa;2022).

Validasi Metode

a. Uji Selektivitas

Uji ini dilakukan dengan membuat larutan yang mengandung $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, masing-masing sampel sediaan kosmetik lipstik dan eye shadow powder, dan matriks sebagai pengganggu, lalu ditambahkan dapar asetat dan pereaksi alizarin sulfonat. Lalu pada masing-masing larutan dilihat spektrumnya pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

b. Penetapan Kurva Kalibrasi dan Uji Linearitas

Larutan baku $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dengan konsentrasi $100 \mu\text{g}/\text{mL}$ diambil sebanyak 0,2 : 0,4 : 0,6 : 0,8 : 1 : 1,2 ml. Masing-masing larutan tersebut dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml yang berbeda. Lalu larutan tersebut diencerkan dengan aquades hingga batas tara dan dihomogenkan. Sehingga campuran tersebut didapatkan konsentrasi 2 : 4 : 6 : 8 : 1 : 12 $\mu\text{g}/\text{mL}$. Larutan yang didapatkan ditambahkan dapar asetat pH 4 dan pereaksi alizarin sulfonat lalu larutan didiamkan selama 10-15 menit dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Kemudian akan diperoleh persamaan $y = bx + a$ dan koefisien korelasi (r). Syarat nilai koefisien korelasi (r) yang didapat harus memiliki nilai $\geq 0,99$ (Rohman;2014).

c. Batas Deteksi dan Batas Kuantitas

Batas deteksi dan batas kuantitas ditentukan dengan perhitungan statistik dari data uji linearitas. Dimana rumus perhitungan yang digunakan sebagai berikut (Wardani;2020):

d. Akurasi

Larutan baku $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dengan konsentrasi $100 \mu\text{g}/\text{mL}$ diambil sebanyak 0,8; 1; dan 1,2 ml ditambahkan dapar asetat pH 4 sebanyak 2 ml serta alizarin sulfonat sebanyak 4,8; 6; dan 7,2 ml lalu dimasukkan ke labu ukur 10 ml dan ditambahkan aquades sampai batas tanda. Larutan didiamkan selama 10-15 menit lalu dibaca absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dan dihitung persen perolehan kembalinya (% recovery). Masing-masing konsentrasi dilakukan pengulangan sebanyak tiga kali. Syarat nilai persen perolehan kembali (% recovery) yang didapat harus memiliki nilai 90-107% (Harmita;2004).

e. Presisi

Larutan standar $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dengan konsentrasi $100 \mu\text{g}/\text{mL}$ diambil sebanyak 1 ml dan ditambahkan dapar asetat pH 4 sebanyak 2 ml serta alizarin sulfonat sebanyak 6 ml dan dimasukkan ke labu ukur 10 ml, lalu ditambahkan aquades sampai batas tanda. Larutan didiamkan selama 10-15 menit lalu dibaca absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Masing-masing konsentrasi dilakukan pengulangan sebanyak enam kali pada hari yang sama dan dilakukan pada tiga hari yang berbeda juga. Keterulangan dinyatakan sebagai simpangan baku relatif (RSD) dengan nilai $\leq 2\%$ (Harmita;2004).

Penetapan Kadar Timbal Pada Sampel

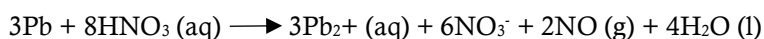
Masing-masing sampel diambil sebanyak 10 ml dan masukkan ke dalam labu ukur 25 ml. Lalu ditambahkan juga dapar asetat pH 4 sebanyak 2 ml dan alizarin sulfonat sebanyak 7,2 ml, diamkan selama 10-15 menit. Kemudian larutan tersebut dibaca absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum.

Hasil dan Pembahasan

Preparasi Sampel

Preparasi sampel dilakukan dengan tujuan untuk mengurangi dan memisahkan senyawa yang akan dianalisis dari pengotor yang dapat mengganggu proses analisis. Masing-masing sampel dipreparasi dengan metode destruksi basah tertutup yaitu menggunakan refluks. Pada penelitian ini menggunakan destruksi basah tertutup dikarenakan metode ini dapat menghasilkan kadar timbal lebih yang tinggi. Hal ini bisa terjadi karena sistem tertutup relatif memberikan tekanan yang lebih besar sehingga dapat mempercepat pemutusan ikatan senyawa organik dalam sampel (Fatmawati;2017).

Fungsi dari penggunaan HNO_3 yaitu sebagai zat pengoksidasi yaitu HNO_3 adalah pelarut yang baik untuk logam sehingga logam Pb dapat teroksidasi menjadi ion logam Pb^{2+} dan menjadi larut, sedangkan HCl berfungsi sebagai katalis yang dapat membantu mempercepat proses destruksi tersebut. Reaksi yang terjadi saat logam timbal larut oleh asam nitrat adalah sebagai berikut.



Berdasarkan reaksi diatas dapat diketahui dengan penambahan asam nitrat pekat ke dalam sampel dapat membuat logam timbal berada pada fase larutan sehingga ion Pb^{2+} ini nantinya akan berikatan dengan senyawa alizarin sulfonat dan membentuk senyawa kompleks (Wardani;2020).

Uji Kualitatif Timbal

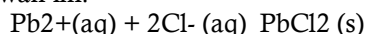
Berdasarkan hasil uji didapatkan endapan putih yang menunjukkan hasil positif adanya kandungan timbal klorida pada sampel yang dapat dilihat pada Tabel 1. Hasil ini sesuai dengan penelitian sebelumnya yaitu terbentuk endapan putih pada sampel yang dilakukan uji kualitatif dengan HCl (Alawiyah;2021).

Tabel 1. Uji kualitatif timbal (Pb) pada sampel

Sampel	Hasil	Keterangan
L1	Endapan putih	Positif Timbal
L2	Endapan putih	Positif Timbal
L3	Endapan putih	Positif Timbal
L4	Endapan putih	Positif Timbal
L5	Endapan putih	Positif Timbal
ES1	Endapan putih	Positif Timbal
ES2	Endapan putih	Positif Timbal
ES3	Endapan putih	Positif Timbal
ES4	Endapan putih	Positif Timbal
ES5	Endapan putih	Positif Timbal

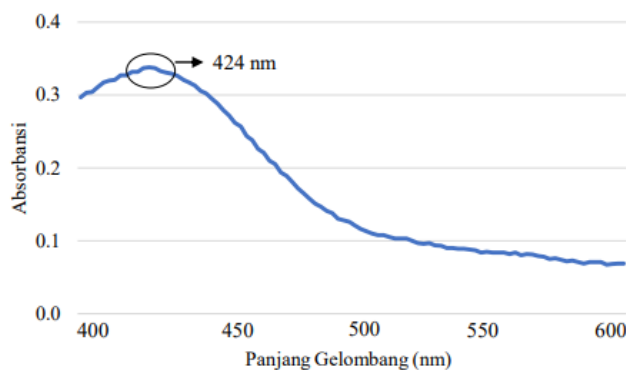
Keterangan : L : Lipstik; ES : *Eye shadow*

Sehingga dari hasil tersebut didapatkan informasi yaitu di dalam sampel lipstik dan *eye shadow* tersebut positif mengandung logam timbal. Oleh karena itu perlu dilakukan penelitian lebih lanjut yaitu uji kuantitatif untuk mengetahui besar konsentrasi logam timbal yang terdapat pada sampel [30]. Reaksi pembentukan timbal klorida tersebut dapat dilihat dibawah ini.



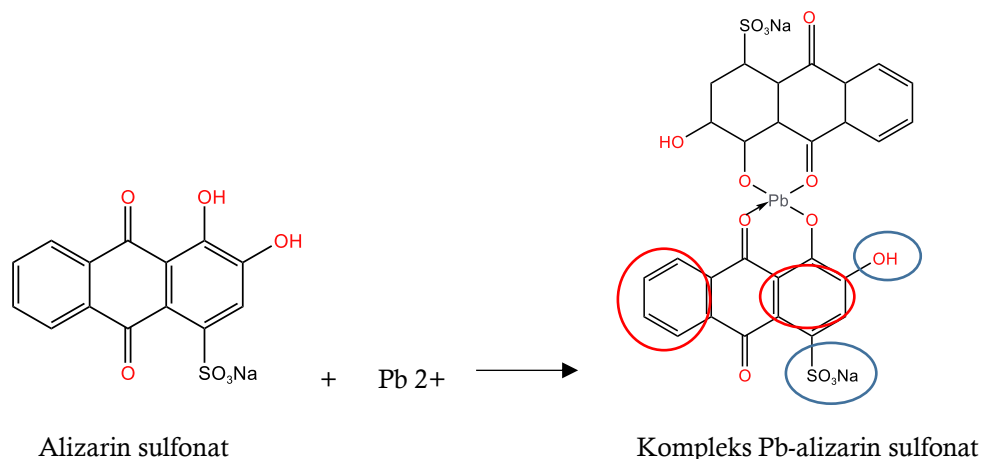
Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Alizarin sulfonat berfungsi sebagai senyawa yang dapat memberikan gugus kromofor dan aoksokrom kepada logam timbal sehingga akan membentuk senyawa kompleks yang dapat dianalisis oleh spektrofotometer UV-Vis. Dapar asetat digunakan untuk memberikan kestabilan pH larutan supaya tetap berada dalam suasana asam. Campuran ini diukur dengan spektrofotometer UV-Visible dan ditentukan panjang gelombang maksimumnya. Larutan alizarin sulfonat sendiri berwarna merah lalu ketika membentuk kompleks berubah menjadi warna kuning. Setelah dilakukan pengujian larutan baku timbal yang ditambahkan pereaksi dan dapar menghasilkan larutan berwarna kuning dan didapatkan panjang gelombang maksimumnya yaitu 424 nm. Hal ini sesuai dengan literatur dimana panjang gelombang maksimum kompleks Pb-alizarin sulfonat membentuk warna kompleks kuning pada panjang gelombang 422 nm (Wulansari;2008). Panjang gelombang maksimum kompleks Pb-alizarin sulfonat dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Spektrum panjang gelombang maksimal kompleks Pb-alizarin sulfonat

Pb-alizarin sulfonat akan membentuk suatu senyawa kompleks hal ini terjadi karena alizarin sulfonat memiliki pasangan elektron bebas yang ada pada atom oksigen yang mendonorkan elektronnya sehingga nantinya akan berikatan secara kovalen koordinasi dengan logam Pb (Gambar 2).

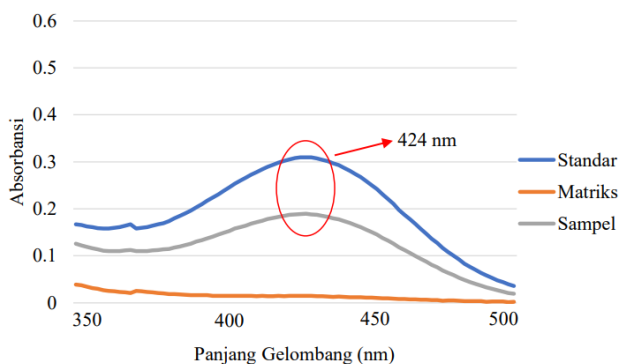


Gambar 2. Pembentukan kompleks Pb-alizarin sulfonat

Kompleks Pb-alizarin sulfonat memiliki gugus kromofor yang ditandai dengan lingkaran merah pada gambar 2, dimana gugus ini adalah gugus tidak jenuh kovalen yang dapat menyerap energi radiasi elektromagnetik pada daerah Uv-Vis. Selain itu kompleks ini juga memiliki gugus auksokrom yang ditandai dengan lingkaran biru pada gambar 2 yaitu gugus jenuh yang apabila berikatan dengan kromofor akan menyebabkan perubahan panjang gelombang. Oleh karena itu, kompleks ini dapat dianalisis menggunakan spektrofotometer Uv-Vis (Wardani;2020).

Selektivitas

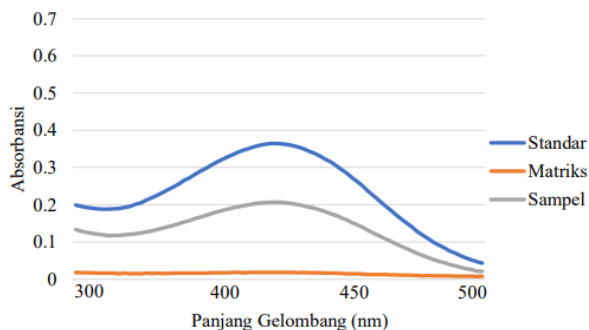
Uji selektivitas dilakukan untuk mengetahui apakah spektrum matriks pada masing-masing matriks sampel mempengaruhi spektrum kompleks Pb-alizarin sulfonat pada panjang gelombang maksimum. Pengujian selektivitas dilakukan dengan memasukkan larutan kompleks Pb-alizarin sulfonat, larutan sampel, dan larutan matriks lipstik. Berdasarkan hasil tersebut dapat terlihat pada panjang gelombang maksimum 424 nm, matriks dari lipstik tidak memberikan serapan begitu juga dengan sampel tidak ada serapan gangguan pada panjang gelombang 424 nm (Gambar 3). Hal ini menunjukkan bahwa analisis kompleks Pb-alizarin sulfonat pada panjang gelombang 424 nm bersifat selektif dan tidak ada gangguan dari matriks.



Gambar 3. Selektivitas kompleks Pb-alizarin sulfonat dan matriks sampel lipstik

Hasil yang didapat pada uji selektivitas antara larutan kompleks Pb-alizarin sulfonat, larutan sampel, dan larutan matriks *eye shadow* tersebut dapat terlihat pada panjang gelombang maksimum 424 nm, matriks

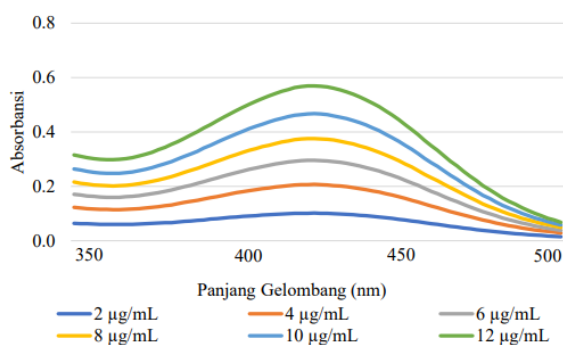
dari *eye shadow* tidak memberikan serapan begitu juga dengan sampel tidak ada serapan gangguan pada panjang gelombang 424 nm (Gambar 4). Hal ini menunjukkan bahwa analisis kompleks Pb-alizarin pada panjang gelombang 424 nm bersifat selektif dan tidak ada gangguan dari matriks.



Gambar 4. Selektivitas kompleks Pb-alizarin sulfonat dan matriks sampel *eye shadow*

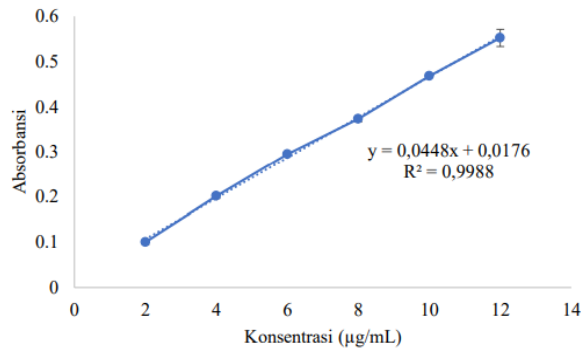
Linearitas

Linearitas dilakukan dengan cara membuat variasi konsentrasi dari larutan standar timbal yaitu 2, 4, 6, 8, 10, dan 12 $\mu\text{g}/\text{mL}$. Variasi konsentrasi tersebut menimbulkan hasil yang beragam sehingga didapatkan hasil spektrum variasi konsentrasi seperti pada (Gambar 5).



Gambar 5. Spektrum kompleks Pb-alizarin sulfonat pada berbagai konsentrasi

Berdasarkan hasil pengujian tersebut didapatkan regresi linear kurva yaitu $y = 0,0448x + 0,0176$ dengan nilai R^2 sebesar 0,9988 yang disajikan pada Gambar 6. Sehingga hasil tersebut memenuhi syarat linearitas yang diterima karena lebih besar dari 0,99 (Rohman;2014). Hasil tersebut sama dengan penelitian yang sudah dilakukan untuk uji linearitas didapatkan nilai koefisien korelasinya sebesar 0,9916 (Wardani;2020). Hal ini menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi larutan yang digunakan maka semakin tinggi juga absorbansi yang didapat serta semakin rendah konsentrasi yang digunakan maka semakin rendah pula absorbansi yang didapat (Tabel 2).



Gambar 6. Kurva linearitas standar timbal (Pb(NO₃)₂)

Tabel 2. Uji linearitas larutan standar Pb(NO₃)₂

Konsentrasi (µg/mL)	Absorbansi	Rata-rata Absorbansi ± SD
2	0,095	0,100 ± 0,005
	0,101	
	0,104	
4	0,197	0,201 ± 0,005
	0,207	
	0,199	
6	0,291	0,295 ± 0,004
	0,296	
	0,298	
8	0,376	0,373 ± 0,006
	0,376	
	0,366	
10	0,470	0,468 ± 0,002
	0,467	
	0,468	

	0,532	
	0,569	
12		0,552 ± 0,019
	0,556	

Batas Deteksi dan Batas Kuantitas

Batas deteksi dan batas kuantitas bisa didapatkan dari persamaan garis regresi linear $y = 0,0448x + 0,0176$. Berdasarkan hasil percobaan dan perhitungan, batas deteksi adalah $0,044 \mu\text{g/mL}$ yang artinya metode spektrofotometri UV-Vis dapat mendeteksi sampel secara memadai bahkan pada konsentrasi ini, dengan batas kuantifikasi $0,148 \mu\text{g/mL}$ ini berarti bahwa bahkan pada konsentrasi tersebut bisa mendapatkan hasil yang baik dengan hati-hati dan teliti.

Akurasi

Akurasi dinyatakan dalam sebagai persen perolehan kembali (recovery). Akurasi dilakukan pada tiga konsentrasi standar yang berbeda yaitu, 8, 10, dan $12 \mu\text{g/mL}$. Berdasarkan hasil tersebut didapatkan nilai perolehan kembali (%recovery) berturut-turut adalah 99,535%; 100,982%; dan 99,467% (Tabel 3). Berdasarkan hasil tersebut persen perolehan kembali memenuhi syarat keberterimaan yaitu 90-107% sehingga metode ini dapat dikatakan akurat (Harmita;2004).

Tabel 3. Hasil uji akurasi standar $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$

Konsentrasi ($\mu\text{g/mL}$)	Absorbansi	% Recovery	Rata-rata % recovery
8 (80%)	0,374	99,442	99,535
	0,375	99,721	
	0,374	99,442	
10 (100%)	0,469	100,759	100,982
	0,470	100,982	
	0,471	101,205	
12 (120%)	0,556	100,149	99,467
	0,551	99,219	
	0,550	99,033	

Presisi

Presisi dinyatakan dalam Relative Standard Deviation (RSD). Dalam penelitian ini presisi dilakukan keterulangan dan ketertiruan sebagai parameter presisinya. Presisi keterulangan dilakukan dalam jangka waktu yang singkat atau hanya dalam satu waktu saja. Hasil yang didapatkan dari perhitungan % RSD

Pb(NO₃)₂ dengan konsentrasi 10 µg/mL yaitu 0,314% (Tabel 4). Hasil ini menunjukkan data analisis yang dihasilkan memiliki keterulangan yang baik saat dilakukan berkali-kali.

Tabel 4. Hasil uji presisi keterulangan Pb(NO₃)₂

Konsentrasi (µg/mL)	Absorbansi	Absorbansi rata-rata ± SD	% RSD
10	0,466	0,468 ± 0,001	0,314
	0,467		
	0,469		
	0,468		
	0,469		
	0,470		

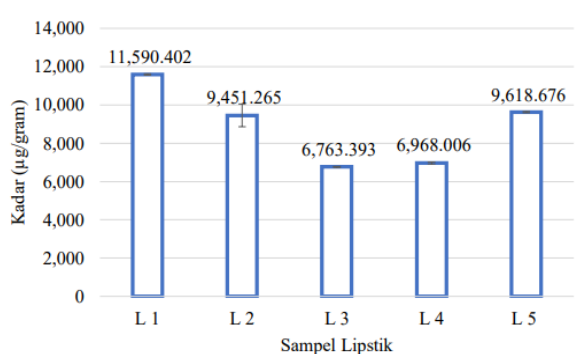
Sedangkan presisi ketertiruan dapat dilakukan pada waktu yang berbeda beda, analisis yang berbeda, dan peralatan yang berbeda, dalam penelitian ini dilakukan hal yang sama dengan keterulangan namun presisi dilakukan pada tiga hari yang berbeda dimana setiap harinya dilakukan pengulangan sebanyak 6 kali. Pemilihan waktu yang berbeda untuk penelitian kali ini yaitu tidak memungkinkannya untuk melakukan dengan menggunakan alat yang berbeda serta tidak ada analisis lain yang melakukan penelitian yang sama. Dari hasil penelitian tersebut didapatkan %RSD sebesar 0,282% (Tabel 4). Hasil yang didapatkan baik keterulangan maupun ketertiruan %RSD tidak melebihi 2% sehingga nilai presisi memenuhi syarat parameter validasi (Harmita;2004).

Tabel 5. Hasil uji presisi ketertiruan Pb(NO₃)₂

Hari ke-	Rata-rata absorbansi ± SD
1	0,470 ± 0,002
2	0,468 ± 0,001
3	0,471 ± 0,002
RSD (%)	0,282

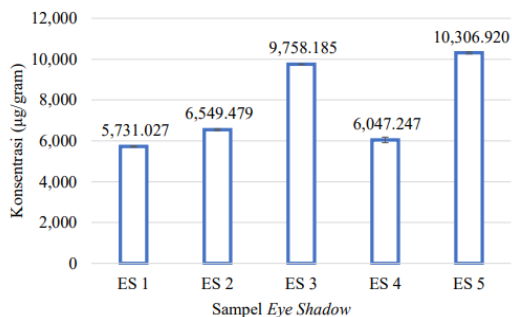
Penetapan Kadar Timbal dalam Sampel

Penentuan kadar timbal dalam sampel lipstik dan *eye shadow* dilakukan dengan metode analisis spektrofotometri UV-Visible. Kadar timbal yang ada di dalam sampel lipstik dapat dilihat pada Gambar 7.



Gambar 7. Grafik konsentrasi timbal dalam sampel lipstik

Berdasarkan hasil tersebut kadar logam timbal dalam sampel lipstik terdeteksi pada semua sampel. Konsentrasi tertinggi terdapat pada sampel L1 yaitu sebesar 11,590.402 µg/gram sedangkan konsentrasi terendah terdapat pada sampel L3 sebesar 6,763.393 µg/gram. Berdasarkan Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia (Kemenkes;2010) cemaran logam timbal (Pb) dalam kosmetik tidak lebih dari 20 mg/kg. Hasil pengujian sampel lipstik yang diambil secara acak dari kios kosmetik Pasar Lorong King Bandar Lampung semua sampel lipstik tersebut mengandung logam timbal yang jauh melebihi batas yang telah ditetapkan oleh BPOM RI.



Gambar 8. Grafik konsentrasi timbal dalam sampel *eye shadow*

Berdasarkan Gambar 8. Hasil yang didapat dari analisis logam timbal dalam sampel *eye shadow* semua sampel terdeteksi adanya logam timbal dan besarnya konsentrasi tersebut melebihi syarat yang sudah ditetapkan oleh BPOM RI yaitu tidak lebih dari 20 µg/gram. Konsentrasi tertinggi logam timbal terdapat pada sampel ES5 sebesar 10,306.920 µg/gram sedangkan konsentrasi terendah terdapat pada sampel ES1 sebesar 5,731.027 µg/gram (Kemenkes;2010).

Sampel lipstik maupun *eye shadow* setelah dilakukan pengujian didapatkan bahwa tidak ada satupun sampel yang memiliki kadar cemaran logam timbal dibawah 20 µg/gram, hal ini terjadi karena sampel lipstik dan *eye shadow* tersebut tidak memiliki nomor registrasi BPOM. Hasil tersebut sesuai dengan penelitian yang sudah dilakukan sebelumnya didapatkan kadar timbal dalam lipstik yang tidak teregistrasi BPOM sebesar 28-56 µg/gram dan untuk sampel *eye shadow powder* yang tidak teregistrasi BPOM sebesar 25-45 µg/gram (Nursidika;2018) (Amalulilla;2016). Sehingga produk kosmetik tersebut tidak ada pengawasan dalam proses produksinya dan tidak mungkin untuk menentukan apakah bahan baku dan proses pembuatan lipstik sesuai dengan keputusan Kepala BPOM RI nomor HK.00.05.4.3879 tentang Pedoman Pembuatan Kosmetik yang Baik (BPOM;2003). Kosmetik yang digunakan sebagian besar impor dari negara China dimana dari 5 sampel lipstik dan *eye shadow powder* terdapat dua sampel lipstik dan 4 sampel *eye shadow powder* yang diproduksi di negara China dan menurut penelitian sebelumnya ditemukan konsentrasi tertinggi timbal terdeteksi pada lipstik yang diimpor dari Negara China. Lipstik yang diimpor dari Negara China tersebut 95,91% atau hampir semua sampel mengandung logam timbal jauh lebih tinggi dari 20 µg/gram dan semua lipstik Iran lebih rendah dari 10 µg/gram (Ziarati;2017).

Simpulan

Metode spektrofotometer UV-Visible memenuhi syarat validasi metode analisis yaitu linearitas dengan koefisien korelasi didapatkan sebesar 0,9988, akurasi didapatkan dengan %recovery nya 99,467-100,982%, presisi yang didapatkan pada presisi keterulangan sebesar 0,314% sedangkan pada presisi ketertiruan sebesar 0,282%, batas deteksi didapatkan sebesar 0,044 µg/mL, batas kuantitas sebesar 0,148 µg/mL, dan selektivitas dimana matriks yang ada pada masing-masing sampel tidak mempengaruhi spektrum kompleks Pb-alizarin sulfonat sehingga metode ini dapat digunakan dalam penetapan kadar timbal (Pb) untuk sediaan lipstik dan *eye shadow*.

Kadar timbal (Pb) dalam 5 sampel lipstik dan 5 sampel *eye shadow* yang didapatkan dari Pasar Lorong King Bandar Lampung melebihi syarat yang sudah ditetapkan BPOM RI yaitu 20 µg/gram dimana masing-masing sampel kosmetik memiliki kadar timbal berturut-turut yaitu ±6.000- 11.000 µg/gram dan ±5.000-10.000 µg/gram.

Daftar Referensi

- A. Rohman, *Validasi dan Penjaminan Mutu Metode Analisis Kimia*, Yogyakarta: Gajah Mada University Press, 2014.
- A. T. Wulansari, "Penentuan Timbal Secara Spektrofotometri UV-Vis dengan Pengompleks Alizarin Red S," 2008.
- Badan Pengawas Obat dan Makanan, "Badan POM," BPOM RI, 18 Desember 2014. [Online]. Available: <https://www.pom.go.id/new/view/more/pers/246/Kosmetika-MengandungBahan-Berbahaya.html>. [Diakses 05 Agustus 2022].
- Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia, Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor HK. 03.1.23.07.11.6662 Tahun 2011 tentang Persyaratan

- Cemaran Mikroba dan Logam Berat dalam Kosmetika, Jakarta: Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia, 2011.
- Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia, Keputusan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor HK.00.05.4.1745 Tentang Kosmetik, Jakarta: Departemen Kesehatan Republik Indonesia, 2003.
- D. Amalulilla, "Analisis Kadar Timbal (Pb) pada *Eyeshadow* dengan Variasi Zat Pengoksidasi dan Metode Destruksi Basah Menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)," Fakultas Sains dan Teknologi, Malang, 2016.
- D. Rahmawanty dan D. I. Sari, *Buku Ajar Teknologi Kosmetik*, Malang: CV. IRDH, 2019.
- E. Selpiana, L. Destiarti dan Nurlina, "Perbandingan Metode Penentuan Pb (II) di Sungai Kapuas Secara Spektrofotometri UV-Vis Cara Kalibrasi Terpisah dan Adisi Standar," *Jurnal Kimia Khatulistiwa*, vol. 5, no. 1, pp. 17-23, 2016
- F. Fatmawati dan Ayumulia, "Analisis Pb Pada Sediaan *Eyeshadow* Dari Pasar Kiaracondong Dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom," *Jurnal Kesehatan Bukti Tunas Husada*, vol. 17, no. 2, pp. 227-233, 2017
- G. A. Wardani, S. L. Abiya dan F. Setiawan, "Analysis Of The Lead On Lip Tint Cosmetics On The Market Using UV-Vis Spectrophotometry Method," *Jurnal Kimia dan Pendidikan*, vol. 5, no. 1, pp. 87-100, 2020.
- Harmita, "Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya," *Majalah Ilmu Kefarmasian*, vol. 1, no. 3, pp. 117-135, 2004.
- Kementerian Kesehatan Republik Indonesia, Farmakope Indonesia Edisi VI, Jakarta: Kementerian Kesehatan Republik Indonesia, 2020
- Kementerian Kesehatan Republik Indonesia, Peraturan Menteri Kesehatan Nomor 1175/MENKES/PER/VIII/2010, Jakarta: Kementerian Kesehatan Republik Indonesia, 2010.
- M. Sadikin, *Biokimia Darah*, Jakarta: Widya Medika, 2001.
- N. Adliani, Nazliniwyat and D. Purba, "Formulasi Lipstik Menggunakan Zat Warna dari Ekstrak Bunga Kecombrang (*Ecliptera elatior* (Jack) R.M.Sm.)," *Journal of Pharmaceutics and Pharmacology*, vol. 1, no. 2, pp. 87-94, 2012.
- P. Nursidika, G. Sugihartina dan Rismalasari, "Kadar Logam Timbal (Pb) Dalam Lipstik yang Diperjualbelikan di Pasar Minggu Kota Cimahi," *Jurnal Kimia dan Pendidikan*, vol. 3, no. 2, pp. 243-253, 2018.
- P. Ziarati, S. Moghimi, S. Arbabi-Bidgoli dan M. Qomi, "Risk Assessment of Heavy Metal Contents (Lead and Cadmium) in Lipstick Iran," *International Journal of Chemical Engineering and Applications*, vol. 3, no. 6, pp. 450-452, 2012
- R. Rahmatunnisa, D. D. Indriatmoko and S. N. Stiani, "Formulasi Sediaan Kosmetika Perona Mata dengan Menggunakan Ekstrak Ubi Jalar Ungu (*Ipomoea batatas*(L.) Lam) sebagai Pewarna Alami," *Jurnal MedSains*, vol. 2, no. 1, pp. 36-50, 2022.
- S. A. A. Rohmah, A. Muadifah dan R. D. Martha, "Validasi Metode Penetapan Kadar Pengawet Natrium Benzoat pada Sari Kedelai di Beberapa Kecamatan di Kabupaten Tulungagung Menggunakan Spektrofotometer UvVis," *Jurnal Sains dan Kesehatan*, vol. 3, no. 2, pp. 120-127, 2021.
- T. Alawiyah dan Rahmadani, "Analisis Kandungan Logam Timbal (Pb) pada Air dan Ikan Papuyu di Daerah Sungai Alalak dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)," *Journal of Pharmaceutical Care and Sciences*, vol. 2, no. 1, pp. 42-48, 2021.
- T. S. Wardani, *Kosmetologi*, Yogyakarta: Pustaka Baru Press, 2021.