

Analisis Logam Timbal dalam *Eye-Liner Pencil* yang Beredar di Kota Pontianak

Uray Dhiendy Tri Novebry¹, Pratiwi Apridamayanti¹, Rise Desnita¹

¹Program Studi Farmasi, FK UNTAN

Abstrak

Latar belakang. *Eye-liner* pensil merupakan sediaan kosmetika yang diaplikasikan pada kulit tipis disekitar mata, oleh sebab itu bahan yang terkandung didalamnya harus aman. Persyaratan kadar maksimum logam berat, termasuk timbal dalam kosmetika yang ditetapkan BPOM serta efek berbahaya yang dapat ditimbulkan timbal bagi tubuh seperti sindrom abdominal, *neuromuscular*, SSP, hematologi, dan *renal*. **Metode.** Analisis timbal dilakukan dengan metode spektrofotometri serapan atom nyala dengan panjang gelombang 283,03 nm. Sampel *eye-liner pencil* dikumpulkan dengan metode *purposive sampling*, dimana sampel dipilih sesuai dengan kriteria yang ditentukan pada penelitian ini yakni *eye-liner pencil* yang sering digunakan oleh masyarakat yang dicurigai tercemar logam berat timbal. Preparasi dilakukan dengan metode destruksi kering menggunakan tanur pada suhu 500⁰C selama tiga jam. **Hasil.** Hasil penelitian didapat lima sampel positif dengan kadar 4,0157, 1,5480, 0,9136, 1,0739, dan 0,9961 µg/g (ppm). **Kesimpulan.** Kelima sampel tersebut masih berada dibawah batas maksimum yang ditentukan yakni 20 ppm, sehingga masih dikategorikan aman untuk digunakan.

Kata Kunci: *Eye-liner pencil*, logam timbal, Spektrofotometer Serapan Atom

Background. *Eye-liner pencil* is a cosmetic which is applied to the thin skin around the eyes, so the contents of it have to be free of hazard. Considering the presence of maximum amount of heavy metal including lead in cosmetics that have been regulated by BPOM and dangerous effects it may cause in human such as abdominal syndrome, *neuromuscular*, central nervous system, hematology, and *renal*. **Method.** Lead analysis was done by flame atomic absorption spectrophotometric method with wavelength 283,03 nm. Samples of *eye-liner pencil* were collected with a purposive sampling method, where samples are selected according to criteria defined in this research that is *eye-liner pencil* which is often used by people and suspected of being contaminated with heavy lead metals. Preparation is conducted in dry ashing method using furnace in temperature of 500⁰C for three hours. **Result.** The result of research shows five positive samples with concentrations of 4,0157, 1,5480, 0,9136, 1,0739, and 0,9961 µg/g (ppm). **Conclusion.** All five samples are still under the maximum limit regulated which is 20 ppm so it is still considered safe to use.

Keywords: *Eye-liner pencil*, Lead metal, Atomic Absorption Spectrophotometry

PENDAHULUAN

Kosmetik dekoratif merupakan penggolongan kosmetika yang digunakan untuk merias dan menutup cacat pada kulit sehingga menghasilkan penampilan yang lebih menarik serta menimbulkan efek psikologis yang baik, seperti percaya diri¹.

Salah satu jenis kosmetika dekoratif yang sering digunakan oleh masyarakat, terutama wanita adalah *eye-liner pencil*. *Eye-liner pencil* digunakan untuk mempertegas garis mata agar terlihat lebih tajam dan menawan. Penggunaan *eye-liner pencil* pada kulit di sekitar mata yang tipis dengan frekuensi pemakaian yang berulang sehingga bahan yang terkandung didalamnya harus aman.

Keputusan Kepala Badan POM Nomor HK.03.1.23.07.11.6662 Tahun 2011 tentang persyaratan

cemaran mikroba dan logam berat dalam kosmetika daftar, persyaratan cemaran logam berat timbal (Pb) yakni tidak lebih dari 20 mg/kg atau 20 mg/L (20ppm) sehingga pada sediaan *eye-liner pencil* tidak diperbolehkan terkandung logam timbal (Pb) lebih dari 20 ppm.

Timbal adalah sejenis logam yang lunak berwarna abu-abu kebiruan mengkilat. Timbal merupakan logam yang mendapat perhatian karena bersifat toksik melalui konsumsi makanan, minuman, udara, air, serta debu yang tercemar timbal. Timbal masuk ke dalam tubuh melalui jalur oral, lewat makanan, minuman, pernafasan, kontak lewat kulit, serta lewat parenteral².

Timbal sering digunakan untuk melapisi logam agar tidak timbul perkaratan, sebagai tambahan di

dalam cat, baterai, dan bensin³, dan dapat terkandung dalam kosmetik sebagai cemaran, dimana cemaran adalah sesuatu yang masuk ke dalam produk secara tidak sengaja dan tidak dapat dihindari yang berasal dari proses pengolahan, penyimpanan dan atau terbawa dari bahan baku⁴.

Pb adalah racun sistemik. Pb anorganik mula-mula terdistribusi di jaringan lemak, terutama dalam ginjal dan hati. Kemudian Pb mengalami redistribusi ke dalam tulang (95%), gigi dan rambut. Karena ekskresi Pb terbatas, maka sedikit saja peningkatan asupan setiap hari dapat menimbulkan akumulasi timbal⁵.

Keracunan Pb akut yang ditandai dengan kadar lebih dari 0,72 ppm dalam darah. Pb yang diserap dengan cepat dapat menyebabkan

sindrom syok yang juga disebabkan oleh kehilangan cairan lewat saluran cerna. Terhadap susunan saraf, Pb anorganik menyebabkan parestesia, nyeri dan kelemahan otot, Dapat timbul kerusakan ginjal, dan kematian dapat terjadi dalam 1-2 hari. Kalau keracunan akut teratasi, umumnya terlihat keracunan Pb kronis⁵.

Pb juga mengganggu fungsi reproduksi yang mengakibatkan kemandulan, aborsi, dan kematian janin³.

Logam berat timbal yang dapat membahayakan kesehatan ini dapat dideteksi dengan spektrofotometri serapan atom yang merupakan suatu metode yang digunakan untuk mendeteksi unsur-unsur logam. Metode spektrofotometri serapan atom ini berdasarkan pada prinsip absorpsi cahaya oleh atom.

Atom-atom akan menyerap cahaya pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat unsurnya⁶.

Spektrofotometri serapan atom digunakan untuk analisis kuantitatif unsur-unsur logam dalam jumlah sekelumit dan sangat kelumit. Cara ini cocok untuk analisis kelumit logam karena mempunyai kepekaan yang tinggi (batas deteksi kurang dari 1 ppm), pelaksanaannya relatif sederhana, dan gangguannya sedikit⁶.

Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui kadar logam timbal yang terkandung di dalam sediaan *eye-liner pencil* yang beredar di Kota Pontianak dengan metode spektrofotometri serapan atom tipe nyala.

METODE

Sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah *eye-liner*

pencil. Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah larutan standar Pb 1000 ppm (*Merck*), HNO₃ 0,5 M (*Merck*), HCl 6M (*Merck*), (MgNO₃)₂·6H₂O 50% b/v (*Merck*), *aquabidest* (*IKA*), kertas whatman no.40 (whatman).

Pengambilan Sampel

Sampel *eye-liner pencil* yang digunakan pada penelitian ini dikumpulkan dengan metode *non probability* secara *purposive sampling*.

Validasi

Uji Linearitas

Uji ini dilakukan dengan membuat kurva kalibrasi standar dengan enam macam konsentrasi, yaitu 0; 0,1; 0,5; 1,5; 2,5; 5,0 ppm dan blanko dengan 3 kali pengulangan. Konsentrasi (x) dan absorbansi (y) yang diperoleh dihubungkan dengan persamaan

regresi linear dan diperoleh persamaan kurva kalibrasi $y = ax + b$

Uji Akurasi

Uji Akurasi ditentukan dengan metode penambahan baku. Persen perolehan kembali (persen *recovery*) ditentukan dengan cara menambahkan larutan baku pembanding timbal (Pb) ke dalam sampel *eye-liner pencil* yang akan diperiksa, kemudian dilakukan uji blanko (tanpa penambahan larutan baku standar)⁷.

Uji Presisi

Uji keseksamaan dilakukan dengan mengukur satu macam konsentrasi logam Pb yakni 1,5 ppm dengan 3 kali ulangan dalam 1 hari dan dilakukan dalam 3 hari berturut-turut, kemudian dihitung standar deviasi (SD) dan simpangan baku relatif (RSD)⁸.

Uji LOD dan LOQ

Uji ini dilakukan untuk mengetahui kadar terkecil sampel yang dapat dideteksi (LOD) dan batas terkecil sampel yang dapat terukur secara cermat dan seksama (LOQ)

Preparasi Sampel

Sampel (*Eye-liner pencil*) dipisahkan isi dengan penyusun luarnya. Ditimbang sampel sebanyak 2,5 g, lalu dimasukkan ke dalam krusibel dan ditambahkan 3 mL larutan $(\text{MgNO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 50% b/v. Dikeringkan di atas *hotplate* sampai tidak terdapat asap lagi, kemudian diabukan dalam tanur pada suhu 500°C selama 3 jam. Setelah didinginkan, hasil tanur ditambahkan 25 mL larutan HCl 6 M kemudian disaring menggunakan kertas whatmann no.40 ke dalam labu ukur 50 mL dan diencerkan dengan

aquabidest sampai tanda batas. Larutan ini siap untuk dianalisis dengan spektrofotometri serapan atom nyala.

Analisis Kuantitatif dengan SSA

Analisis dilakukan dengan menggunakan spektrofotometri serapan atom nyala dengan menggunakan lampu katoda timbal pada panjang gelombang 283,03 nm. Konsentrasi Pb yang terdapat dalam sampel (x) dihitung dengan mensubstitusi nilai absorbansi yang didapat (y) ke persamaan regresi linear yang diperoleh dari kurva kalibrasi.

HASIL

Pengambilan Sampel

Sampel yang didapat diperoleh dari tiga pasar di Kota Pontianak

yang ramai pengunjung, diperoleh 15 sampel dengan 15 merek yang berbeda yang memenuhi kriteria yang ditentukan yakni nomor batch produk yang sama (untuk produk yang teregistrasi BPOM), warna sampel yang sering digunakan oleh masyarakat, serta rentang harga antara Rp. 5.000,00 – Rp. 25.000,00.

Uji Linearitas

Persamaan garis yang diperoleh yakni $y = 0,016148x - 0,00017072$ dengan koefisien korelasi $r = 0,999924109$. Nilai koefisien korelasi (r) tersebut menunjukkan 99,9924109 % data memiliki hubungan yang linear pada analisis regresi linear $y = ax + b$. Linearitas yang baik dilihat dari nilai koefisien korelasi (r) yang mendekati 1. Nilai koefisien korelasi kurva kalibrasi yang dibuat

mendekati $r=1$, sehingga kurva kalibrasi tersebut memenuhi persyaratan linearitas

Uji Akurasi

Pada analisis kadar analit dengan satuan ppm (*part per million*) rentang perolehan kembali yang diperbolehkan yakni antara 80-110% (7).

Uji akurasi pada penelitian ini dilakukan dengan metode penambahan baku dengan menambahkan larutan baku timbal 1 ppm ke dalam sampel N. Konsentrasi sampel N yakni sebesar 0,1601 ppm, dan konsentrasi sampel N yang ditambahkan larutan baku yakni 1,2600 ppm. Berdasarkan konsentrasi yang diperoleh, didapat persen perolehan kembali (% *recovery*) yakni 109,99% dimana persen perolehan kembali merupakan

rasio antara hasil yang diperoleh dengan hasil sebenarnya.

Uji Presisi

Larutan yang digunakan dalam uji presisi ini merupakan larutan yang sama untuk tiap kali pengukuran. Parameter presisi dilihat dari nilai simpangan baku relatif (RSD) nya dimana nilai RSD harus lebih kecil sama dengan 16 % (7). Nilai 16 % merupakan nilai RSD yang masih diperbolehkan untuk konsentrasi analit ppm (*part per million*).

Nilai presisi hari pertama yang didapat yakni sebesar 1,3080 %, hari kedua sebesar 2,1682 %, hari ketiga sebesar 1,2412 % dan presisi antar hari sebesar 5,3000 %. Hasil tersebut menunjukkan nilai presisi yang memenuhi syarat yakni $\leq 16 \%$ yang berarti operasional

alat memiliki kesesuaian berulang yang baik dengan hasil yang relatif konstan

Uji LOD dan LOQ

Nilai LOD dan LOQ didapat dari perhitungan secara statistik terhadap respon blanko. Batas deteksi diperlukan untuk mengetahui batas terkecil analit yang masih memberikan respon signifikan terhadap blanko, sedangkan batas kuantitasi diperlukan untuk mengetahui batas terkecil analit dalam sampel yang masih menunjukkan kriteria cermat dan seksama⁷.

Berdasarkan hasil pengukuran respon (absorbansi) blanko yakni 0,0007; 0,0011; dan 0,0008 diperoleh batas deteksi sebesar 0,0387 $\mu\text{g/ml}$ dan batas kuantitasi sebesar 0,1289

$\mu\text{g/ml}$. Batas deteksi dan batas kuantitasi ini akan digunakan pada pengukuran konsentrasi

sampel untuk menentukan batas konsentrasi yang dapat dikatakan positif mengandung logam timbal.

Analisis Sampel

Sampel *eye-liner pencil* yang akan dianalisis secara kuantitatif dengan metode spektrofotometri serapan atom ini terlebih dahulu dilakukan proses destruksi kering dengan pengabuan. Proses destruksi merupakan tahapan preparasi sampel untuk mendapatkan logam timbal yang terkandung didalam sampel dengan memutus ikatan unsur logam dengan komponen lain yang terdapat didalam sampel sehingga logam tersebut berada pada keadaan bebas.

Destruksi, dilakukan pemanasan dengan suhu tinggi sehingga terjadi perombakan logam timbal yang tidak mudah menguap menjadi bentuk oksidasinya untuk selanjutnya dilarutkan dalam pelarut asam untuk mengikat logam timbal tersebut.

Analisis kuantitatif *eye-liner pencil* dilakukan dengan menggunakan spektrofotometri serapan atom dengan prinsip absorpsi cahaya oleh atom yang terdapat di dalam sampel. Intensitas radiasi yang diserap oleh atom dalam sampel akan sebanding dengan jumlah atom dalam sampel sehingga dengan mengukur intensitas radiasi yang diserap (absorbansi) maka konsentrasi logam di dalam sampel dapat ditentukan⁹.

Sampel diukur menggunakan spektrofotometri serapan atom nyala

(*flame*) dengan lampu katoda timbal pada panjang gelombang 283,03 nm. Gas yang digunakan yakni asetilen dan udara, dimana asetilen bertindak sebagai bahan pembakar dan udara sebagai pengoksidasi.

Prinsip spektrofotometri serapan atom nyala yang digunakan pada analisis logam timbal ini yaitu menggunakan nyala untuk mengubah sampel yang berupa larutan menjadi bentuk uap atomnya. Pengukuran kadar sampel dilakukan dengan mengukur larutan sampel dengan spektrofotometri serapan atom (SSA) nyala dimana tiap sampel diukur sebanyak tiga kali pengukuran dengan menggunakan *auto-sampler* pada SSA nyala tersebut. Blanko sampel yang digunakan pada pengukuran yakni

larutan HCl 6M yang merupakan pelarut sampel saat preparasi.

Berdasarkan nilai batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) maka didapatkan sampel yang positif mengandung timbal. Dari 15 sampel yang diteliti terdapat lima sampel yang dinyatakan positif yakni sampel C, D, G, L dan N, tiga sampel yang dinyatakan NQ (*not quantified*) yakni sampel dengan kode H, K dan M, serta tujuh sampel dinyatakan ND (*not detected*) yakni sampel dengan kode A, B, E, F, I, J dan O. Sampel yang positif merupakan sampel dengan konsentrasi diatas LOD dan LOQ. Sampel yang dinyatakan ND dan NQ tidak serta merta dikatakan negatif atau tidak terkandung timbal didalamnya, sampel ND dapat berarti pada sampel tidak mengandung timbal sama sekali atau mengandung

timbal dengan kadar yang sangat kecil, sedangkan sampel yang dinyatakan NQ merupakan sampel yang mengandung timbal namun nilainya tidak teliti dan akurat (10), sehingga sampel tersebut tidak dapat dianalisis.

Sampel positif yang berjumlah lima sampel tersebut selanjutnya dilakukan analisis hasil lebih lanjut untuk menentukan kadar timbal dalam satu buah *eye-liner pencil* masih dinyatakan aman dalam penggunaan, kadar timbal yang terkandung didalam sampel masih jauh dibawah batas maksimum yang ditentukan BPOM tahun 2011 yakni tidak lebih dari 20 ppm (20 µg/g). Cemaran timbal yang terdapat didalam sampel *eye-liner pencil* yang diteliti diduga berasal dari proses produksi dan terbawa

dari bahan baku yang telah tercemar logam berat timbal.

Oleh karena efek timbal yang membahayakan maka kadarnya dalam kosmetik dibatasi. Namun berdasarkan analisis kuantitatif yang dilakukan pada *eye-liner pencil* yang beredar di Kota Pontianak menunjukkan hasil yang baik karena *eye-liner pencil* yang beredar di pasaran masih dalam batas aman.

KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang dilakukan, disimpulkan bahwa terdapat sediaan *eye-liner pencil* yang beredar di Kota Pontianak mengandung logam berat timbal (Pb) yakni *eye-liner pencil* C sebesar 4,0157 µg/g, *eye-liner pencil* D sebesar 1,5480 µg/g, *eye-liner pencil* G sebesar 0,9136 µg/g,

eye-liner pencil L sebesar 1,0739 µg/g dan pada *eye-liner pencil* N sebesar 0,9961 µg/g.

Sediaan *eye-liner pencil* yang beredar di Kota Pontianak tersebut masih aman untuk digunakan karena berada dibawah kadar maksimal yang ditentukan BPOM yakni sebesar 20 µg/g.

DAFTAR PUSTAKA

1. Tranggono, Iswari, Fatma L. 2007. *Buku Pegangan Ilmu Pengetahuan Kosmetik*. Jakarta: PT Gramedia Pustaka Utama.
2. Widowati, Wahyu, Astiana S, Raymaond J. 2008. *Efek Toksik Logam Pencegahan Dan Penanggulangan Pencemaran*. Yogyakarta: Penerbit Andi.
3. Slamet, Soemirat J. 2004. *Kesehatan Lingkungan*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
4. BPOM. 2011. *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 Kosmetik*. Jakarta: Depkes RI Dirjen POM.
5. Gunawan, Gan S. 2007. *Farmakologi dan Terapi*. Edisi 5. Jakarta: Departemen Farmakologi dan Terapeutik Fakultas Kedokteran Universitas Indonesia.

6. Gandjar, Gholib I, Abdul R. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
7. Harmita. 2004. *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya*. Review Artikel : Majalah Ilmu Kefarmasian, Vol. 1, No. 3, Desember 2004, 117-35.
8. Arifin, Zainal, Darmono, Safuan A, Pratama R. 2006. *Validasi Metode Analisis Logam Copper (Cu) dan Plumbum (Pb) dalam Jagung dengan Cara Spektrofotometer Serapan Atom*. Seminar Nasional Teknologi Peternakan dan Veteriner.
9. Asminar, Dahlan H. 2000. *Analisis Komposisi Logam Paduan AlMg₂ Produk Tuang Dengan Metode AAS*. BATAN.
10. WHO. 2009. Principles and Methods for Risk Assesment of Chemical in Food. IPCS *Enviromental Health Criteria* 240. Hal 19-21

