



Artikel Penelitian

Analisis Kadar Timbal (Pb) pada Bedak Tabur dan *Eyeshadow* dengan Variasi Metode Destruksi dan Zat Pengoksidasi dengan Spektroskopi Serapan Atom

Diana Candra Dewi*, Rifatul Mahmudah, Oktrin Rustika Kumalawati, Diana Amalullia

Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim, Malang, Indonesia, 65144

INFO ARTIKEL**Riwayat Artikel**

Direvisi 27 Februari 2019

Diterima 25 Maret 2019

Tersedia online 21 Mei 2019

* Email penulis korespondensi:
dayanasidi@yahoo.com

ABSTRAK

Loose powder and eyeshadow are cosmetics often used by women in their daily activities. Some cosmetic products contain heavy metal in the composition. This study aims to determine the concentration of lead in the loose powder and eyeshadow both registered and unregistered at the Food and Drug Supervisory Agency (BPOM) in Malang. The destruction method used is wet digestion in the opened and closed systems with variations of oxidizing agents of HNO_3 and HClO_4 . The concentration of lead was analyzed using atomic absorption spectroscopy (AAS). The results of destruction optimization on loose powder and eyeshadow showed wet digestion in closed system gave the best destruction results. The best oxidizing agent for both products is a mixture of HNO_3 : HClO_4 (2: 1). Lead concentration in the loose powder product for samples A, B, C, D was 18.90 ± 0.35 , 19.10 ± 0.46 , 23.47 ± 0.65 and 28.90 ± 0.35 mg/Kg, respectively. Eyeshadow samples of E, F, G, and H contained lead concentrations were 25.67 ± 1.76 , 34.23 ± 0.57 , 45.30 ± 0.56 and 45.90 ± 1.78 mg/Kg, respectively.

Keywords: cosmetics, loose powder, eyeshadow, lead

Bedak tabur dan *eyeshadow* merupakan kosmetik yang sering digunakan oleh wanita dalam kehidupan sehari-hari. Beberapa produk kosmetik mengandung logam berat dalam komposisinya. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kadar timbal pada bedak tabur dan *eyeshadow* baik yang terdaftar dan tidak terdaftar di Badan Pengawas Obat dan Makanan (BPOM) di kota Malang. Metode yang digunakan adalah metode destruksi basah (terbuka dan tertutup) dengan variasi zat pengoksidasi HNO_3 dan HClO_4 . Kadar timbal dianalisis menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA). Hasil optimasi desktruksi pada bedak tabur dan *eyeshadow* menunjukkan bahwa destruksi basah tertutup memberikan hasil destruksi terbaik. Adapun pengoksidasi terbaik untuk kedua produk tersebut adalah campuran HNO_3 : HClO_4 (2:1). Kadar timbal bedak tabur pada sampel A, B, C, D masing-masing sebesar $18,90 \pm 0,35$; $19,10 \pm 0,46$; $23,47 \pm 0,65$ dan $28,90 \pm 0,35$ mg/Kg. Sampel *eyeshadow* E, F, G, dan H mengandung kadar timbal sebesar $25,67 \pm 1,76$; $34,23 \pm 0,57$; $45,30 \pm 0,56$ dan $45,90 \pm 1,78$ mg/Kg, berturut-turut.

Kata kunci: kosmetik, bedak tabur, *eyeshadow*, timbal

1. Pendahuluan

Peningkatan penggunaan kosmetik menyebabkan peningkatan produksi dan penyebaran kosmetik di Indonesia. Fungsi utama penggunaan kosmetik yaitu untuk mempercantik diri pengguna agar tampak lebih menarik [1]. Jenis sediaan kosmetik yang banyak digunakan adalah bedak tabur dan perona kelopak mata (*eyeshadow*) dimana produk kosmetik tersebut mengandung pigmen warna. Beberapa produk kosmetik mengandung logam berat seperti timbal, arsen, merkuri, kobal, dan nikel yang digunakan sebagai bahan dasar atau pengotor [2].

Beberapa penelitian telah membuktikan bahwa logam berat yang terdapat pada kosmetik dapat menyebabkan gangguan kulit sehingga penggunaan logam berat dalam kosmetik telah dilarang di beberapa negara. Penambahan timbal pada pembuatan beberapa produk bedak tabur dan *eyeshadow* sengaja ditambahkan sebagai pigmen warna [3]. Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor 17 Tahun 2014 menyatakan bahwa batas aman cemaran logam berat (timbal) dalam kosmetik adalah tidak lebih dari 20 mg/kg [4].

Penentuan logam timbal pada kosmetik seperti bedak dan *eyeshadow* telah dilakukan. Yebpella dkk. [5] melaporkan bahwa kadar timbal dalam bedak dan *eyeshadow* di Nigeria masing-masing sebesar 0,6866 dan 0,0254 mg/Kg. Nnorom [6] meneliti kadar timbal pada *facial talcum powder* di Nigeria dan diperoleh kadar timbal sebesar $5,0 \pm 0,1$ mg/Kg, sedangkan Ekere dkk. [7] telah meneliti kadar timbal pada bedak sebesar $0,10 \pm 0,015$ mg/Kg. Omolaoye dkk. [8] menyebutkan kadar timbal dalam *eyeshadow* berbagai warna adalah 8,33 - 18,89 mg/Kg. Faruruwa & Bartholomew [9] menemukan tidak ada kadar timbal pada bedak dan menemukan kadar timbal sebesar 3,70 mg/kg pada *eyeshadow*.

Penelitian mengenai penentuan kadar timbal pada bedak tabur dan *eyeshadow* di Indonesia belum banyak dilakukan. Analisis ini perlu dilakukan pada kosmetik mengingat bahaya yang diakibatkan yaitu memiliki toksisitas kronis dan akut. Penelitian ini bertujuan menentukan kadar timbal pada bedak tabur dan *eyeshadow* menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA) yang diambil berbagai merek baik yang terdaftar BPOM dan merek yang tidak terdaftar BPOM. Pada penelitian ini juga dilakukan variasi metode destruksi basah dan zat pengoksidasi $\text{HNO}_3:\text{HClO}_4$.

2. Bahan dan Metode

2.1. Bahan

Sampel penelitian adalah bedak tabur dan *eyeshadow* yang dibeli dari toko kosmetik di kota Malang. Adapun bahan kimia yang digunakan adalah $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ (Merck), HNO_3 65% (Merck), HClO_4 60% (Merck) dan akuades.

2.2. Pemilihan Sampel

Sampel bedak tabur yang digunakan ada 4 produk yang ditandai dengan kode A, B, C, dan D. Dua produk bedak tabur terdaftar di BPOM, sedangkan dua produk sisanya tidak terdaftar di BPOM. Adapun sampel *eyeshadow* yang digunakan ada 4 produk yang ditandai dengan kode E, F, G dan H dimana sampel F dan H terdaftar dan sampel E dan G tidak terdaftar di BPOM. Warna bedak tabur yang dipilih adalah kuning kecoklatan, sedangkan warna *eyeshadow* yang dipilih adalah hitam (E, F) dan hijau (G, H).

2.3. Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb)

Kurva standar timbal dibuat pada konsentrasi 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,8 dan 1,4 mg/L. Absorbansi larutan standar diukur menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA Varian Spectra AA 240) pada panjang gelombang 217 nm. Kondisi optimum SSA yaitu lebar celah 1,0 nm; arus lampu katoda 10,0 μA ; laju alir udara 10,0 L/menit, dan laju alir asetilen 2,0 L/menit.

2.4. Penentuan Metode Destruksi dan Zat Pengoksidasi Terbaik

2.4.1. Destruksi Basah Terbuka

Sebanyak 0,5 g sampel dan ditambahkan 30 mL zat pengoksidasi. Sampel yang digunakan adalah campuran bedak tabur dari keempat produk dan campuran *eyeshadow* dari keempat produk. Zat pengoksidasi yang digunakan adalah HNO_3 dan campuran HNO_3 dengan HClO_4 . Perbandingan campuran HNO_3 dan HClO_4 adalah 2:1, 3:1, 4:1, dan 5:1. Sampel dipanaskan di atas *hotplate* pada suhu 100°C hingga volumenya berkurang dan larutan berwarna jernih. Larutan hasil destruksi didinginkan pada suhu ruang kemudian disaring menggunakan kertas Whatman No.42. Hasil penyaringan diencerkan dengan HNO_3 0,5 M dalam labu ukur 20 mL. Konsentrasi timbal (Pb) ditentukan menggunakan SSA.

2.4.2. Destruksi Basah Tertutup

Sampel sebanyak 0,5 g ditambahkan 30 mL zat pengoksidasi. Zat pengoksidasi yang digunakan sama seperti pada destruksi basah terbuka. Sampel dipanaskan dalam refluks pada suhu 100°C sampai larutan berwarna jernih. Larutan

hasil destruksi didinginkan pada suhu ruang dan disaring dengan kertas Whatman No.42. Hasil penyaringan diencerkan dalam labu ukur 50 mL dengan HNO₃ 0,5 M dan diukur konsentrasi timbal (Pb) menggunakan SSA.

2.5. Analisis Kadar Timbal (Pb) pada Sampel

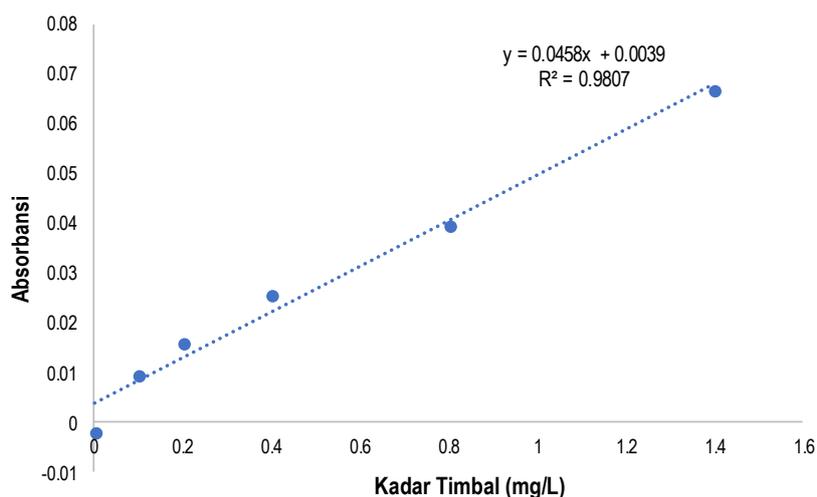
Analisis kadar timbal (Pb) pada sampel digunakan metode destruksi basah terbaik. Sebanyak 0,5 g sampel ditambah dengan 30 mL zat pengoksidasi terbaik. Sampel dipanaskan pada suhu 100°C hingga jernih dan larutan hasil destruksi didinginkan pada suhu ruang. Larutan destruksi disaring dengan kertas Whatman No.42, diencerkan dengan HNO₃ 0,5 M dan ditentukan konsentrasi timbal (Pb) dengan SSA. Persamaan regresi kurva standar diperoleh dari *ploting* nilai absorbansi terhadap kadar logam yang terbaca oleh instrumen. Kadar logam Pb pada sampel ditentukan menggunakan Persamaan 1.

$$\text{Kadar logam Pb (mg/Kg)} = \frac{\text{Kadar yang terbaca instrumen} \times \text{volume larutan}}{\text{Berat sampel}} \quad (1)$$

3. Hasil dan Pembahasan

3.1. Kurva Standar Timbal (Pb)

Kurva standar bertujuan mengetahui hubungan antara konsentrasi larutan dengan nilai absorbansi sampel sehingga konsentrasi sampel dapat diketahui. Nilai koefisien relasi (R^2) mendeskripsikan linearitas kurva standar, dimana R^2 yang mendekati 1 menunjukkan kemiringan yang positif ($R^2 = 0,9807$). Berdasarkan nilai R^2 , kurva standar dalam keadaan baik. Persamaan regresi yang diperoleh adalah $y = 0,0458x + 0,0039$ (**Gambar 1**).

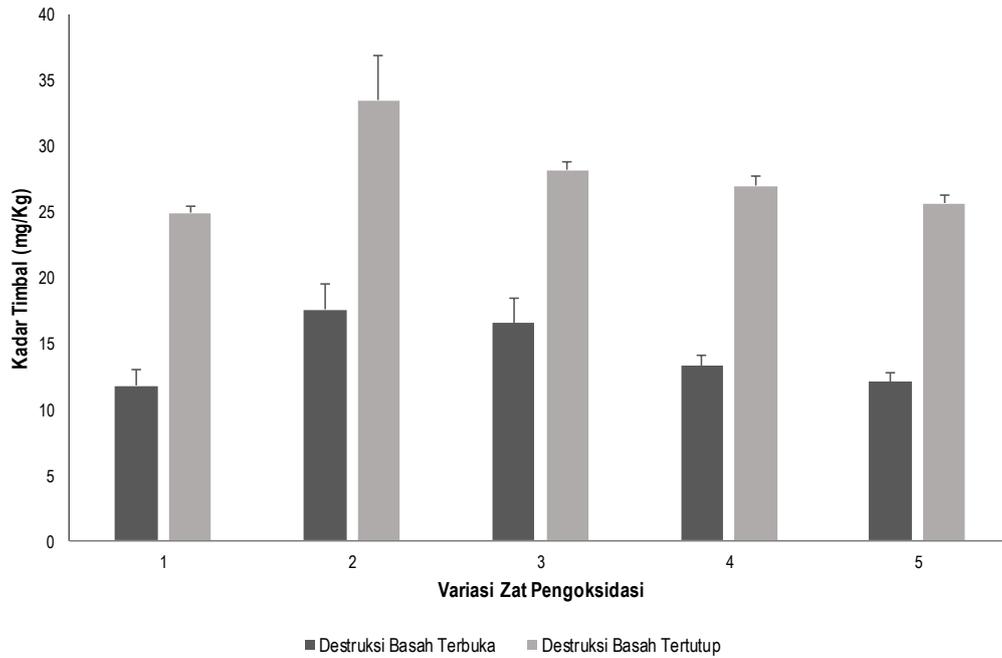


Gambar 1. Kurva standar timbal (Pb)

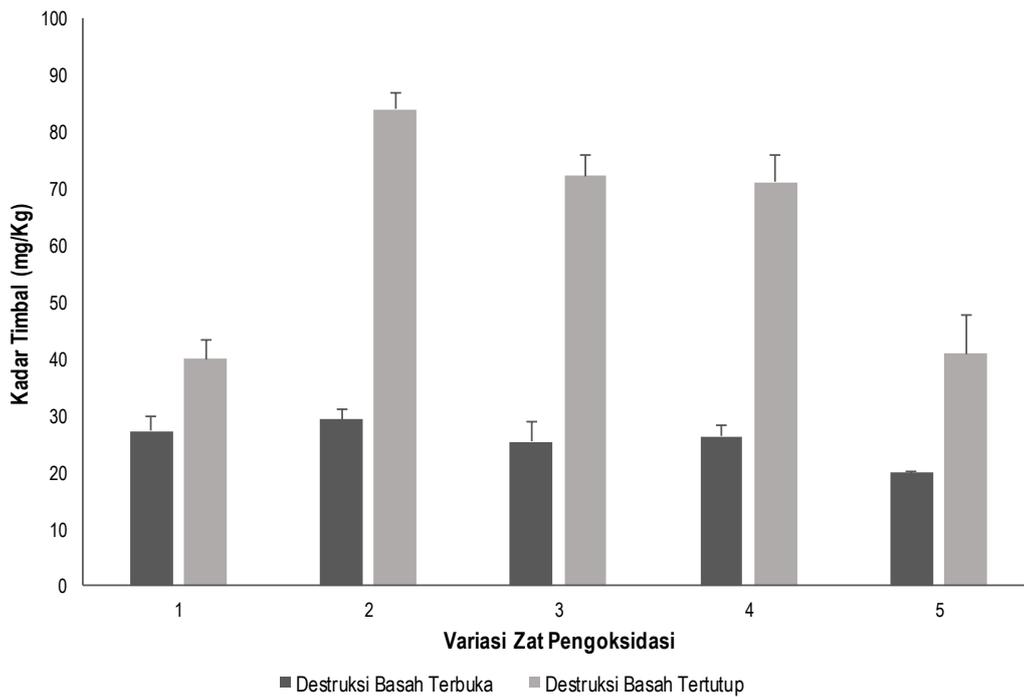
3.2. Penentuan Metode Destruksi dan Zat Pengoksidasi Terbaik

Destruksi basah adalah proses perombakan atau pemutusan senyawa organik dalam sampel menggunakan larutan pengoksidasi berupa larutan asam baik tunggal atau campuran pada suhu pemanasan tertentu. Pada penelitian ini digunakan dua jenis destruksi yaitu destruksi basah terbuka dan tertutup. Destruksi basah terbuka dilakukan menggunakan gelas kimia, sedangkan destruksi basah tertutup dilakukan menggunakan refluks [10, 11]. Pemanasan dalam proses destruksi bertujuan untuk mempercepat pemutusan ikatan senyawa dalam sampel [12].

Jenis metode destruksi dan larutan pengoksidasi penting dalam proses destruksi sampel. Berdasarkan **Gambar 2** dan **3**, destruksi basah tertutup merupakan zat pengoksidasi terbaik. Kadar timbal pada destruksi basah terbuka sebesar $19,91 \pm 0,09 - 29,28 \pm 1,85$ mg/Kg untuk campuran bedak tabur dan $11,76 \pm 1,31 - 17,60 \pm 1,88$ mg/Kg untuk sampel campuran *eyeshadow*, sedangkan pada destruksi basah tertutup sebesar $39,93 \pm 3,26 - 83,97 \pm 2,90$ mg/Kg untuk sampel campuran bedak tabur dan $24,93 \pm 0,51 - 33,47 \pm 3,46$ mg/Kg untuk sampel campuran *eyeshadow*. Destruksi basah tertutup dapat menghasilkan kadar timbal yang tinggi dimungkinkan karena sistem tertutup relatif memberikan tekanan yang lebih besar sehingga mempercepat pemutusan ikatan senyawa organik pada sampel.

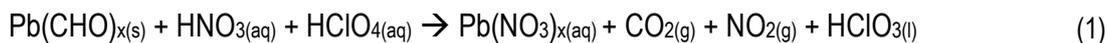


Gambar 2. Kadar timbal pada campuran bedak tabur dengan metode destruksi basah terbuka dan tertutup. Variasi zat pengoksidasi dari nomor 1 - 5 adalah HNO_3 , $\text{HNO}_3:\text{HClO}_4$ (2:1), $\text{HNO}_3:\text{HClO}_4$ (3:1), $\text{HNO}_3:\text{HClO}_4$ (4:1), dan $\text{HNO}_3:\text{HClO}_4$ (5:1).



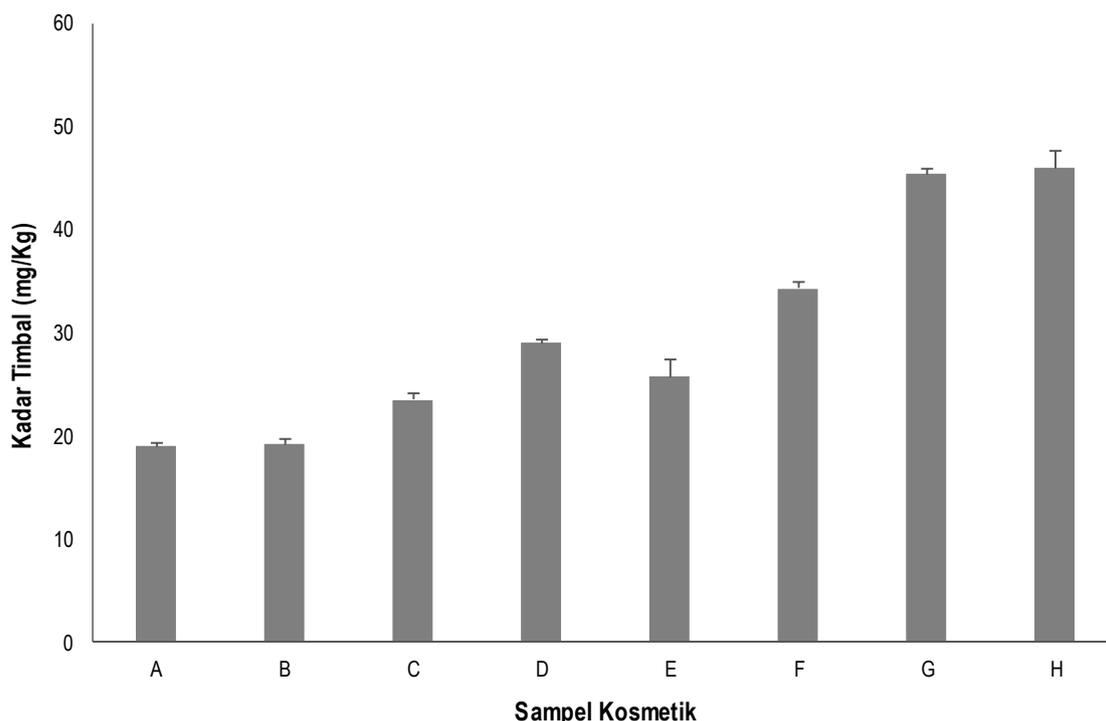
Gambar 3. Kadar timbal pada campuran *eyeshadow* dengan metode destruksi basah terbuka dan tertutup. Variasi zat pengoksidasi dari nomor 1 - 5 adalah HNO_3 , $\text{HNO}_3:\text{HClO}_4$ (2:1), $\text{HNO}_3:\text{HClO}_4$ (3:1), $\text{HNO}_3:\text{HClO}_4$ (4:1), dan $\text{HNO}_3:\text{HClO}_4$ (5:1).

Pada penelitian ini, pengoksidasi terbaik untuk mendestruksi sampel bedak tabur dan *eyeshadow* adalah campuran $\text{HNO}_3:\text{HClO}_4$ (2:1) (**Gambar 2 dan 3**). Campuran zat pengoksidasi $\text{HNO}_3:\text{HClO}_4$ (2:1) menghasilkan kadar timbal tertinggi yaitu sebesar $33,47 \pm 3,46$ mg/Kg (campuran *eyeshadow*) dan $83,97 \pm 2,90$ mg/Kg (campuran bedak tabur). HNO_3 berfungsi sebagai agen pengoksidasi utama karena senyawa ini dalam melarutkan logam Pb dengan baik, sedangkan HClO_4 berfungsi sebagai oksidator yang membantu HNO_3 untuk mendekomposisi matrik organik pada sampel [13]. Agusti [14] dan Taufikurrahman [15] menggunakan campuran zat pengoksidasi ini untuk mendestruksi sampel. Reaksi yang terjadi saat proses destruksi ditunjukkan pada Reaksi 1 [16].



3.3. Penentuan Kadar Timbal (Pb) pada Bedak Tabur dan Eyeshadow

Logam berat timbal terdeteksi pada semua sampel kosmetik baik sampel yang sudah terdaftar maupun yang tidak terdaftar di BPOM (**Gambar 4**). Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan makanan Republik Indonesia Nomor 17 Tahun 2014 menyebutkan bahwa batas kadar timbal pada kosmetik adalah tidak lebih dari 20 mg/Kg. Berdasarkan **Gambar 4**, hanya dua sampel yang memiliki tidak melebihi batas kadar timbal yaitu sampel A dan B ($18,90 \pm 0,35$ dan $19,10 \pm 0,46$ mg/Kg). Sampel A dan B adalah sampel bedak tabur yang terdaftar di BPOM. Sampel C dan D merupakan sampel bedak tabur yang tidak terdaftar di BPOM dengan kadar timbal sebesar $23,47 \pm 0,65$ dan $28,90 \pm 0,35$ mg/Kg, berturut-turut. Hasil penelitian ini berbeda dengan penelitian Yugatama dkk. [17] yang menunjukkan bedak (*compact powder*) mengandung kadar timbal yang sesuai dengan peraturan BPOM yaitu $0,60 \pm 0,01 - 2,57 \pm 0,02$ mg/Kg.



Gambar 4. Kadar timbal pada sampel bedak tabur (A, B, C, D) dan *eyeshadow* (E, F, G, H) dengan metode destruksi tertutup dengan zat pengoksidasi $\text{HNO}_3:\text{HClO}_4$ (2:1).

Sampel E, F, G, H merupakan sampel *eyeshadow* dengan kadar timbal masing-masing sebesar $25,67 \pm 1,76$; $34,23 \pm 0,57$; $45,30 \pm 0,56$ dan $45,90 \pm 1,78$ mg/Kg. Sampel E dan G adalah *eyeshadow* yang tidak terdaftar BPOM, sedangkan sampel F dan H adalah *eyeshadow* yang terdaftar BPOM. Sampel F dan H mengandung kadar timbal di atas ambang batas peraturan BPOM. Hasil penelitian ini berbeda dengan penelitian Fatmawati dan Ayumulia [18]. Kadar timbal *eyeshadow* yang terdaftar BPOM sebesar 2,33 – 7,60 mg/Kg, sedangkan *eyeshadow* yang tidak terdaftar mengandung timbal sebesar 6,86 – 127,36 mg/Kg. Kandungan timbal yang melebihi ambang batas pada *eyeshadow* yang terdaftar BPOM dimungkinkan karena adanya kerusakan atau kontaminasi bahan dasar yang digunakan atau kontaminasi selama proses produksi.

Sampel *eyeshadow* yang digunakan pada penelitian ini berwarna hitam (E dan F) dan hijau (G dan H). Variasi warna pada sampel dapat memberikan kontribusi terhadap kadar berat. *Eyeshadow* dengan warna hijau mengandung kadar logam yang lebih tinggi dibandingkan *eyeshadow* berwarna hitam. Kamal dkk. [19] mengatakan senyawa timbal digunakan secara luas untuk pewarna cat. Erasiska dkk. [1] menyebutkan produsen menggunakan bahan yang mengandung logam untuk memberikan warna yang lebih cerah pada produk kosmetik.

4. Kesimpulan

Metode destruksi basah dan zat pengoksidasi terbaik yang digunakan dalam analisis kadar timbal pada bedak tabur dan *eyeshadow* yaitu metode destruksi basah tertutup menggunakan refluks dengan zat pengoksidasi $\text{HNO}_3:\text{HClO}_4$ (2:1).

Kadar timbal bedak tabur pada sampel A, B, C, D masing-masing sebesar $18,90 \pm 0,35$; $19,10 \pm 0,46$; $23,47 \pm 0,65$ dan $28,90 \pm 0,35$ mg/Kg. Sampel *eyeshadow* E, F, G, dan H mengandung kadar timbal sebesar $25,67 \pm 1,76$; $34,23 \pm 0,57$; $45,30 \pm 0,56$ dan $45,90 \pm 1,78$ mg/Kg, berturut-turut. Kadar timbal yang tidak melebihi ambang batas berdasarkan peraturan BPOM adalah sampel A dan B.

Daftar Pustaka

- [1] Erasiska, S. Bali, & T. A. Hanifah, "Analisis Kandungan Logam Timbal, Kadmium, dan Merkuri dalam Produk Krim Pemutih Wajah," *Jurnal Online Mahasiswa Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Riau*, vol. 2, no.1, pp. 123-129, 2015.
- [2] J. G. Ayenimo, A. M. Yusuf, & A. S. Adekunle, "Heavy Metal Exposure from Personal Care Products," *Bulletin of Environmental Contamination and Toxicology*, vol. 84, no. 1, pp. 8-14, 2010.
- [3] L. U. Tsankov, I. Iordanova, D. Lolova, S. Uzunova, & S. Dinoeva, "Hygienic Evaluation of the Content of Heavy Metals (Lead and Copper) in Cosmetic Products," *Problemina Higienata*, vol. 7, pp. 127-136, 1982.
- [4] Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia, *Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor HK.03.1.23.08.11.07331 tentang Metode Analisis Penetapan Kadar Cemar Logam Berat (Arsen, Kadmium, Timbal, dan Merkuri) dalam Kosmetika*. Jakarta: Badan Pengawas Obat dan Makanan, 2011.
- [5] G. G. Yebpella, A. M. Magomya, U. Lawal, B. Gauje, & O. J. Oko, "Assessment of Trace Metals in Imported Cosmetics Marketed in Nigeria," *Journal of Natural Sciences Research*, vol. 4, no.14, pp. 11-14, 2014.
- [6] I. C. Nnorom, "Trace Metals in Cosmetic Facial Talcum Powders Marketed in Nigeria," *Environmental Chemistry Technology*, vol. 93, no. 6, pp. 1135-1148, 2010.
- [7] N. R. Ekere, J. N. Ihedioha, T. I. Oparanozie, F. I. Ogbuefi-Chima, & J. Ayogu, "Assessment of Some Heavy Metals in Facial Cosmetic Products," *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, vol. 6, no. 8, pp. 561-564, 2014.
- [8] J. A. Omolaoye, A. Uzairu, & C. E. Gimba, "Heavy Metals Assessment on Some Ceramic Products Imported into Nigeria from China," *Archives of Applied Science Research*, vol. 2, no. 5, pp. 120-125, 2010.
- [9] M. D. Faruruwa & S. P. Bartholomew, "Study of Heavy Metals Content in Facial Cosmetics Obtained from Open Market and Superstores within Kaduna Metropolis, Nigeria," *American Journal of Chemistry and Application*, vol. 1, no. 2, pp. 27-33, 2014.
- [10] Raimon, "Perbandingan Metode Destruksi Basah dan Kering secara Spektrofotometri Serapan Atom," diseminarkan pada Lokakarya Nasional Jaringan Kerjasama Kimia Analitik Indonesia, Yogyakarta, Indonesia, 1993.
- [11] S. Kristianingrum, "Kajian Berbagai Proses Destruksi Sampel dan Efeknya," dalam *Prosiding Seminar Nasional, Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA*, 2012, 195-202.
- [12] E. Rahmawati, D. C. Dewi, & B. Fauziah, "Analisis Kadar Logam Tembaga (Cu) pada Permen secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)," *Journal of Islamic Pharmacy*, vol. 1, no. 1, pp. 11-14, 2015.
- [13] E. N. Hidayati, "Perbandingan Metode Destruksi pada Analisis Pb dalam Rambut dengan AAS," Skripsi, Universitas Negeri Semarang, Semarang, 2013.
- [14] A. N. Agusti, "Analisis Logam Timbal dan Tembaga terhadap Daya Serap Rumput Laut *Gracilaria* sp. Sebagai Biosorben," Skripsi, Universitas Islam Negeri Ar-Raniry, Banda Aceh, 2019.
- [15] Taufikurrahman, "Penelitian Kadar Timbal (Pb) dan Tembaga (Cu) dalam Tanaman Rimpang Menggunakan Metode Destruksi Basah secara Spektroskopi Serapan Atom," Skripsi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim, Malang, 2016.
- [16] Y. S. Hidayat, "Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Coklat Batang Menggunakan Variasi Metode Destruksi dan Zat Pengoksidasi secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)," Skripsi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim, Malang, 2016.
- [17] A. Yugatama, A. K. Mawarni, H. Fadillah, & S. N. Zulaikha, "Analisis Kandungan Timbal dalam Beberapa Sediaan Kosmetik yang Beredar di Kota Surakarta," *Journal of Pharmaceutical Science and Clinical Research*, vol. 1, pp. 52-59, 2019.
- [18] F. Fatmawati & Ayumulia, "Analisis Pb pada Sediaan *Eyeshadow* dari Pasar Kiaracandong dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom," *Jurnal Kesehatan Bakti Tunas Husada*, vol. 17, no. 2, pp. 227-233, 2017.
- [19] Z. Kamal, M. Yazid, & C. Supriyanto, "Penentuan Kadar Pb (Timbal) dalam Cat Rambut dengan Metode Spektrofotometer Serapan Atom," pada *Prosiding PPI – PDIPTN*, 2005, pp. 82-86.