

# Analisis Kadar Timbal dalam *Eyeliners* berbagai Merek yang Beredar di Surakarta dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom

## *Analysis of Lead Contents in Various Brand Eyeliners Circulating in Surakarta using the Atomic Absorption Spectrophotometrial Method*

Bertha Angela Chameliana Mauk, Nuraini Harmastuti, Fitri Kurniasari\*

Program Studi Farmasi, Universitas Setia Budi, Surakarta, Indonesia

\*E-mail: fitrature@gmail.com

### ABSTRAK

*Eyeliners* merupakan sediaan yang digunakan pada kulit tipis sekitar mata dengan fungsi mempertajam dan memperindah bentuk mata. *Eyeliners* memiliki pigmen warna dasar emulsi minyak dalam air. *Eyeliners* mengandung logam timbal yang dapat menyebabkan sakit kepala, dan penggunaan dalam jangka panjang dapat mempengaruhi sistem saraf serta dapat bersifat karsinogenik. Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis kadar timbal dalam *eyeliner* berbagai merek yang beredar di Surakarta dengan menggunakan spektrofotometri serapan atom. Metode penelitian menggunakan tiga merek sampel *eyeliner* terdaftar Badan Pengawasan Obat dan Makanan (BPOM), tiga merek sampel *eyeliner* tidak terdaftar BPOM, dan tiga merek sampel *eyeliner* luar negeri yang beredar di Surakarta. Analisis kualitatif dan kuantitatif logam timbal menggunakan instrumen spektrofotometri serapan atom. Hasil uji kualitatif dan kuantitatif dengan spektrofotometri serapan atom menunjukkan bahwa terdapat timbal dalam sampel dengan kadar berturut-turut A1 = 24,4075 ± 2,3970 mg/Kg, A2 = 24,8934 ± 4,4417 mg/Kg, A3 = 51,4224 ± 20,9957 mg/Kg, B1 = 296,8730 ± 33,2398 mg/Kg, B2 = 294,8082 ± 26,7292 mg/Kg, B3 = 264,3652 ± 39,3059 mg/Kg, C1 = 177,0400 ± 22,7420 mg/Kg, C2 = 220,0130 ± 39,6887 mg/Kg, dan C3 = 708,4181 ± 163,9650 mg/Kg. Hasil analisis menunjukkan bahwa seluruh sampel tidak memenuhi syarat kadar timbal yang telah ditentukan oleh BPOM Republik Indonesia Nomor 12 tahun 2019 yaitu tidak lebih dari 20 mg/Kg atau 20 mg/L.

Kata Kunci: *Eyeliners*, timbal, spektrofotometri serapan atom

### ABSTRACT

*Eyeliners* is a product used on the thin skin around the eyes with the function of sharpening and beautifying the shape of the eyes. *Eyeliners* typically contain a basic color pigment suspended in an oil-in-water emulsion. *Eyeliners* may contain lead, which can be a health concern. Exposure to lead can potentially cause headaches, affect the nervous system, and may be carcinogenic. The aim of the research is to analyze lead levels in *eyeliner* of various brands circulating in Surakarta using atomic absorption spectrophotometry. The research method involved three sample brands registered with the Food and Drug Monitoring Agency (BPOM), three sample brands not registered with BPOM and three sample brands originating from abroad circulating in Surakarta. Lead content was analyzed quantitatively using atomic absorption spectrophotometry. The results of the research showed that qualitative and quantitative tests using atomic absorption spectrophotometry showed that the samples contained lead with levels respectively A1 = 24.4075 ± 2.3970 mg/Kg, A2 = 24.8934 ± 4.4417 mg/Kg, A3 = 51.4224 ± 20.9957 mg/Kg, B1 = 296.8730 ± 33.2398 mg/Kg, B2 = 294.8082 ± 26.7292 mg/Kg, B3 = 264.3652 ± 39.3059 mg/Kg, C1 = 177.0400 ± 22.7420 mg/Kg, C2 = 220.0130 ± 39.6887 mg/Kg, and C3 = 708.4181 ± 163.9650 mg/Kg. Based on these results, all samples exceeded the maximum allowable lead limit of 20 mg/Kg set by BPOM RI regulation number 12 of 2019.

Keywords: *Eyeliners*, lead, atomic absorption spectrophotometry

Submitted: September 30<sup>th</sup> 2024 | 1<sup>st</sup> Revised: November 23<sup>rd</sup> 2024 | 2<sup>nd</sup> Revised: December 9<sup>th</sup> 2024 |  
Accepted: December 15<sup>th</sup> 2024 | Published: December 31<sup>th</sup> 2024

### Pendahuluan

*Eyeliners* merupakan sediaan kosmetik untuk memperindah mata dan sering digunakan setiap hari. *Eyeliners* digunakan pada kulit sekitar mata yang tipis dengan fungsi mempertegas garis mata sehingga terlihat lebih tajam dan indah [1]. *Eyeliners* menjadi tidak aman apabila terkontaminasi cemaran logam

berat plumbum (Pb) atau timbal yang dapat memberi efek buruk pada kesehatan. Adanya cemaran logam pada sediaan *eyeliner* disebabkan karena penambahan bahan dasar seperti *beeswax* yang mengandung timbal atau alat untuk mencetak tempat *eyeliner* berupa solder yang terkontaminasi plumbum atau timbal [2]. Salah satu logam berat yang sering ditemukan pada sediaan *eyeliner* yang beredar dipasaran adalah logam timbal.

Logam timbal sangat berbahaya karena dapat menyebabkan keracunan hingga kematian. Persyaratan cemaran logam timbal yang diperbolehkan dalam peraturan Badan Pengawasan Obat dan Makanan (BPOM) Republik Indonesia Nomor 12 tahun 2019 adalah tidak lebih dari 20 mg/kg atau 20 mg/L [3]. Berdasarkan peraturan tersebut, maka pada sediaan *eyeliner* tidak boleh mengandung timbal lebih dari 20 mg/kg atau 20 mg/L.

Analisis kadar timbal dalam sediaan *eyeliner* dinilai penting karena apabila tubuh terpapar logam timbal terus-menerus maka akan terjadi penimbunan dalam tubuh. Kandungan logam timbal dalam *eyeliner* sangat tidak aman bagi kesehatan, sebab logam timbal tersebut kontak langsung dengan kulit dan terabsorpsi, kemudian masuk ke dalam darah. Sebagian akan dikeluarkan, dan sebagian lainnya akan tertimbun dalam jaringan [4]. Penelitian Handayani dkk. [5] analisis kadar timbal pada sediaan *eyeliner* yang berasal dari kota Surabaya dilakukan dengan metode spektrofotometri serapan atom pada panjang gelombang 283,3 nm menggunakan teknik *purposive sampling*. Keenam sampel *eyeliner* yang diuji melebihi batas cemaran yang ditetapkan oleh BPOM RI. Hal ini menunjukkan bahwa semua sampel *eyeliner* tidak memenuhi persyaratan yang ditetapkan BPOM RI.

## Bahan dan Metode

### Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *eyeliner* cair berwarna cokelat yang dibeli secara langsung maupun *online* (untuk pembelian secara *online* dilihat terlebih dahulu keterangan lokasi yaitu Surakarta), sudah terdaftar BPOM (diberi kode A1-A3), belum terdaftar BPOM (diberi kode B1-B3), berasal dari luar negeri yang belum terdaftar BPOM (diberi kode C1-C3), plumbum(II) nitrat ( $Pb(NO_3)_2$ ), larutan magnesium nitrat 50% ( $Mg(NO_3)_2$  50%), larutan hidrogen nitrat 65% ( $HNO_3$  65%) p.a, dan aquadest yang dibeli dari CV. Sentra Teknosains Indonesia.

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah *beaker glass* 100 mL (Pyrex®), pipet ukur, labu ukur 50 mL dan 100 mL, batang pengaduk, botol, pipet tetes, kaca arloji, corong, gelas ukur 100 mL, cawan porselen, timbangan analitik (Ohaus®), *hot plate* (Ika Tipe Hs-7), *waterbath* (Mettler®), *muffle furnace* (Nabertherm®), *micropipette* 20-200 dan 100-1000  $\mu$ L, dan spektrofotometri serapan atom (iCE-3000 SERIES).

### Metode

Analisis kualitatif dan kuantitatif dilakukan menggunakan spektrofotometri serapan atom dengan prinsip absorpsi cahaya oleh atom yang terdapat dalam sampel. Spektrofotometri serapan atom adalah alat yang digunakan untuk mengukur kandungan logam baik dalam sampel padat maupun cair. Kemudian dilanjutkan dengan verifikasi metode untuk menghitung persamaan regresi dan kurva kalibrasi senyawa timbal dengan menggunakan nilai linieritas, *Limit of Detection* (LOD), *Limit of Quantification* (LOQ), presisi, akurasi, serta sensitivitas. Analisis kadar timbal dalam sediaan *eyeliner* yang beredar di Surakarta dengan teknik pengambilan sampel *purposive sampling*. Sampel *eyeliner* yang digunakan berwarna cokelat, berbentuk cair (*liquid*), harga berkisar antara Rp15.000,- hingga Rp90.000,- dengan merek yang sudah terdaftar pada BPOM RI, maupun merek yang belum terdaftar pada BPOM RI secara spektrofotometri serapan atom.

## 1. Pembuatan Sampel untuk Analisis Kualitatif dan Kuantitatif

Pembuatan sampel dilakukan dengan menggunakan metode destruksi kering. Sampel *eyeliner* ditimbang sejumlah 2,5 gram, dimasukkan ke dalam cawan porselen, kemudian ditambahkan 3 mL larutan  $Mg(NO_3)_2$  50%. Sampel selanjutnya dikeringkan di atas *waterbath* sampai tidak terdapat asap, lalu diabukan dalam *muffle furnace* dengan suhu 500°C selama tiga jam. Setelah itu sampel dibiarkan hingga dingin, ditambahkan 25 mL larutan  $HNO_3$  65%, kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 50 mL. Selanjutnya ditambahkan aquadest sampai tanda batas dan dikocok hingga homogen [6].

## 2. Pembuatan Kurva Kalibrasi

Pembuatan larutan standar Pb 10 mg/L dilakukan dengan dipipet 10 mL larutan  $Pb(NO_3)_2$  100 mg/L, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, dan ditambahkan aquadest sampai tanda batas. Kemudian larutan standar  $Pb(NO_3)_2$  10 mg/L dipipet sebanyak 2,5 mL, 5 mL, 10 mL, 15 mL, 25 mL dan diencerkan dalam 100 mL aquadest hingga didapat konsentrasi 0,5 mg/L, 1 mg/L, 2 mg/L, 3 mg/L, 5 mg/L. Selanjutnya dilakukan pembacaan linieritas, LOD, LOQ, presisi, akurasi, serta sensitivitas.

## 3. Penetapan Kadar Timbal pada Sampel

Penentuan absorbansi kadar timbal dibaca menggunakan spektrofotometri serapan atom pada panjang gelombang 283,3 nm seperti penelitian terdahulu dan dilakukan 3 kali pengukuran untuk mengetahui kadar timbal dalam sampel [7]. Analisis data kadar timbal menggunakan spektrofotometri serapan atom dengan persamaan garis kurva baku  $y = a + bx$ . Penetapan kadar timbal dapat dihitung menggunakan persamaan (1) [8].

$$\text{Plumbum (Pb) atau timbal (mg/Kg)} = \frac{C \times V \times fp}{W} \quad (1)$$

Keterangan :

C = kadar dari hasil pengukuran (mg/L)

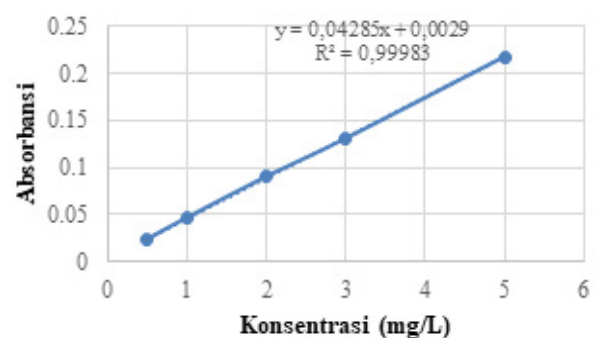
V = volume larutan (L)

fp = faktor pengenceran

W = berat sampel (Kg)

## Hasil

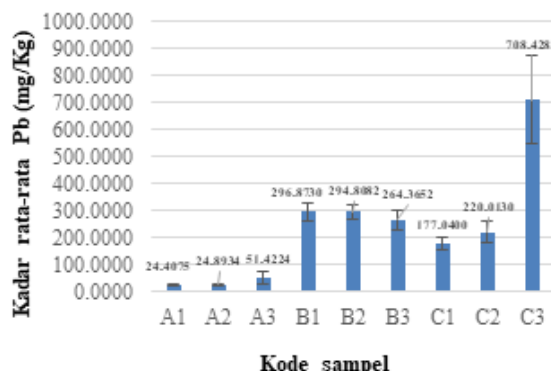
Hasil uji kualitatif dan kuantitatif meliputi penentuan kurva kalibrasi, verifikasi metode, dan penetapan kadar timbal pada sampel dapat diamati pada **Gambar 1**, **Tabel 1**, dan **Gambar 2**.



Gambar 1. Hasil kurva kalibrasi

Tabel 1. Hasil verifikasi metode

Metode analisis	Hasil	Syarat	Keterangan
Linearitas	$r = 0,99991$ $r^2 = 0,99983$	Mendekati 1 atau $\geq 0,995$	Memenuhi syarat
LOD dan LOQ	LOD = 0,0702 LOQ = 0,2340 $V_{x0} = 1\%$	LOD dan LOQ < 0,50 mg/L $V_{x0} \leq 2\%$	Memenuhi syarat
Presisi	% RSD = 1,90%	% RSD < 2%	Memenuhi syarat
Akurasi	% recovery = 99,4%	% recovery = 80-120%	Memenuhi syarat



Gambar 2. Hasil kadar timbal pada sampel

## Pembahasan

### 1. Uji Kualitatif dan Kuantitatif

Uji kualitatif timbal dilakukan menggunakan spektrofotometri serapan atom dengan melihat ada atau tidaknya serapan (absorbansi) dalam sampel. Adanya serapan berupa absorbansi menunjukkan bahwa terdapat logam timbal yang teranalisis atau terdeteksi dalam sampel *eyeliner*. Uji kuantitatif logam timbal dilakukan menggunakan spektrofotometri serapan atom dengan prinsip absorpsi cahaya oleh atom dalam sampel untuk mengetahui kadar timbal pada sampel *eyeliner* secara spesifik [5].

### 2. Penentuan Kurva Kalibrasi

Pembuatan kurva kalibrasi menggunakan 5 seri konsentrasi dan dibaca absorbansinya menggunakan spektrofotometri serapan atom pada panjang gelombang 283,3 nm. Konsentrasi dari 5 seri kurva kalibrasi berturut-turut adalah 0,5 mg/L, 1 mg/L, 2 mg/L, 3 mg/L, 5 mg/L, dan didapatkan nilai *intercept* (a) = 0,0029; *slope* atau kemiringan (b) = 0,04285; (koefisiensi korelasi)  $r = 0,9999$  dan koefisien determinasi ( $r^2$ ) = 0,9998. Persamaan regresi yang terbentuk dari hasil kurva kalibrasi yaitu  $y = 0,04285x + 0,0029$ . Hasilnya berbanding lurus yang dapat diartikan dengan positif, sehingga hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi semakin erat [9].

### 3. Verifikasi Metode

Verifikasi metode analisis dilakukan menggunakan parameter berupa linearitas, LOD, LOQ, presisi, akurasi dan sensitivitas [10]. Linearitas yang diuji memenuhi syarat karena hasil nilai koefisien korelasi ( $r^2$ ) = 0,99983. Nilai koefisien

korelasi ini mendekati 1 atau  $\geq 0,995$  [11]. *Limit of Detection* dan LOQ yang diuji telah memenuhi syarat dikarenakan hasil LOD yang diperoleh sebesar 0,0702 mg/L dan hasil LOQ sebesar 0,2340 mg/L, lebih kecil dari konsentrasi kurva kalibrasi terkecil yaitu < 0,50 mg/L. Rentang kurva kalibrasi adalah 0,50 mg/L hingga 5,00 mg/L memberikan hasil yang linear dan nilai  $V_{x0}$  yang diperoleh masuk ke dalam rentang yaitu 1%, dari persyaratan nilai  $V_{x0}$  adalah  $\leq 2\%$  [12]. Presisi yang diuji memenuhi syarat karena hasil presisi menunjukkan nilai % *Relative Standard Deviation* (% RSD) 1,90 %, nilai % RSD pada presisi yang baik adalah dengan perolehan persen baku relatif (% RSD) < 2% [13]. Akurasi yang diuji juga memenuhi syarat dikarenakan nilai rata-rata % *recovery* yang diperoleh adalah 99,4%, nilai % *recovery* yang baik berada pada rentang angka 80-120% [14]. Sensitivitas dihitung dengan mengamati nilai kemiringan kurva kalibrasi atau dapat dengan menghitung LOD dan LOQ. Sensitivitas yang diuji telah memenuhi syarat karena berdasarkan nilai batas deteksi yang diperoleh adalah 0,0702 mg/L, dimana nilai batas deteksi lebih kecil dari konsentrasi kurva kalibrasi yaitu 0,5 mg/L.

### 4. Penetapan Kadar Timbal pada Sampel

Penetapan kadar cemaran logam timbal *eyeliner* dibaca menggunakan spektrofotometri serapan atom. Nilai absorbansi yang didapat kemudian digunakan untuk menghitung persamaan regresi linear yang digunakan untuk menghitung konsentrasi timbal dalam sampel. Sampel dengan kode A1, A2, dan A3 merupakan sampel yang sudah terdaftar pada BPOM, sedangkan sampel B1, B2, dan B3 merupakan sampel belum terdaftar pada BPOM, dan sampel dengan kode C1, C2 Dan C3 merupakan sampel yang berasal dari luar negeri. Data yang diambil berasal dari tiga kali replikasi dan dianalisis menggunakan spektrofotometri serapan atom dengan panjang gelombang 283,3 nm. Didapatkan kadar timbal pada sampel A1 sebesar  $24,4075 \pm 2,3970$  mg/Kg, sampel A2  $24,8934 \pm 4,4417$  mg/Kg, dan sampel A3  $51,4224 \pm 20,9957$  mg/Kg. Kadar timbal pada sampel B1  $296,8730 \pm 33,2398$  mg/Kg, sampel B2  $294,8082 \pm 26,7292$  mg/Kg, dan sampel B3  $264,3652 \pm 39,3059$  mg/Kg. Kadar timbal pada sampel C1 sebesar  $177,0400 \pm 22,7420$  mg/Kg, sampel C2  $220,0130 \pm 39,6887$  mg/Kg, dan sampel C3  $708,4181 \pm 163,9650$  mg/Kg. Hasil dari keseluruhan sampel *eyeliner* yang diuji tidak memenuhi syarat yang ditentukan oleh BPOM RI Nomor 12 tahun 2019 yaitu tidak lebih dari 20 mg/Kg atau 20 mg/L [3].

Kadar timbal paling tinggi yang terdeteksi pada sampel yaitu  $708,4181 \pm 163,9650$  mg/Kg dengan kode sampel C3, sedangkan kadar terendah yang terdeteksi pada sampel yaitu  $24,4075 \pm 2,3970$  mg/Kg dengan kode sampel A1. Kadar logam timbal yang tinggi ini dapat disebabkan oleh produk-produk yang tidak terdaftar BPOM, baik yang berasal dari luar negeri maupun dalam negeri, dan proses produksi yang tidak sesuai dengan BPOM. Produk yang dibeli secara *online* tidak dapat diperiksa secara langsung keadaannya sehingga terdapat peluang produk yang dijual adalah produk tiruan atau palsu. Faktor lainnya yakni proses produksi yang tidak bersih, tempat kerja yang tidak sesuai syarat BPOM, alat cetak tempat *eyeliner* yang terkontaminasi timbal, serta wadah logam atau plastik yang digunakan pada saat proses produksi yang memungkinkan produk *eyeliner* tersebut mengandung timbal. Oleh sebab itu, dapat dinyatakan bahwa *eyeliner* yang beredar di toko *online* ataupun swalayan tidak semuanya aman untuk digunakan oleh

masyarakat. Sediaan *eyeliner* yang mengandung timbal yang tidak sesuai syarat yang telah ditetapkan BPOM RI apabila digunakan terus-menerus akan dipenetrasi oleh kulit, dan masuk ke dalam jaringan. Seiring dengan lamanya pemakaian, timbal dalam tubuh akan semakin meningkat dan pada batas tertentu dapat menyebabkan toksisitas [15].

### Kesimpulan

Sampel *eyeliner* yang beredar di Surakarta mengandung cemaran logam timbal. Kadar cemaran logam timbal pada sampel *eyeliner* yang beredar di Surakarta secara spektrofotometri serapan atom adalah sampel A1 = 24,4075 ± 2,3970 mg/Kg, A2 = 24,8934 ± 4,4417 mg/Kg, A3 = 51,4224 ± 20,9957 mg/Kg, B1 = 296,8730 ± 33,2398 mg/Kg, B2 = 294,8082 ± 26,7292 mg/Kg, B3 = 264,3652 ± 39,3059 mg/Kg, C1 = 177,0400 ± 22,7420 mg/Kg, C2 = 220,0130 ± 39,6887 mg/Kg, C3 = 708,4181 ± 163,9650 mg/Kg. Kadar cemaran logam timbal pada keseluruhan sampel *eyeliner* yang diuji tidak memenuhi syarat kadar yang telah ditentukan oleh BPOM RI Nomor 12 tahun 2019 yaitu tidak lebih dari 20 mg/Kg atau 20 mg/L.

### Referensi

- [1] Dhiendy U, Apridamayanti P, Desnita R. Analisis Logam Timbal dalam EyeLiner Pencil yang Beredar di Kota Pontianak. *J Cerebellum*. 2015;1(1):47–59.
- [2] Nourmoradi H, Foroghi M, Farhadkhani M, Vahid Dastjerdi M. Assessment of Lead and Cadmium Levels in Frequently Used Cosmetic Products in Iran. *J Environ Public Health*. 2013;2013(962727):1–5. doi: <https://doi.org/10.1155/2013/962727>
- [3] BPOM RI. Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor 12 Tentang Cemaran Dalam Kosmetika. Indonesia; 2019.
- [4] Erasiska, Subardi Bali T. Analisis kandungan logam timbal, kadmium, dan merkuri dalam produk jamu pegal linu yang beredar di Kota Pekanbaru. *J Online Mhs Fak Mat dan Ilmu Pengetah Alam Univ Riau*. 2015;2(1):130–5.
- [5] Handayani D, Fernanda M. HF, Arifiyana D. Analisis Kadar Timbal Pada *Eyeliner* dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). *J Komunitas Farm Nas*. 2022;2(1):310–9.
- [6] BPOM RI. Tentang Perubahan Atas Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia No HK.03.1.23.08.11.07517 Tahun 2011 tentang Persyaratan Cemaran Logam Berat dalam Kosmetika. Indonesia; 2014.
- [7] Fatmawati F, Asnawi A, Erawan S. Analisis Kadar Timbal pada Sediaan Maskara dari Pasar Lokal di Bandung. *al-Kimiya*. 2019;6(1):28–31. doi: <https://doi.org/10.15575/ak.v6i1.4454>
- [8] Sari GP, Ngibad K. Penentuan Kadar Timbal (Pb) Pada Sirup Herbal Jahe Merah, Kunyit, Dan Lemon Sereh Menggunakan Metode Aas. *CHEDS J Chem Educ Sci*. 2023;7(2):124–8. doi: <https://doi.org/10.30743/cheds.v7i2.7754>
- [9] Primadiamanti A, Feladita N, Juliana R. Determination of Hydroquinon Whitening in Cream in Lorong King, Pasar Tengah, Bandar Lampung City Using UV-Vis Spectrophotometry Method. *J Anal Farm*. 2019;4(1):10–6.
- [10] Kementrian Kesehatan Republik Indonesia. Farmakope Indonesia. VI. Jakarta: Kementerian Kesehatan RI; 2020.
- [11] Harmita H. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Maj Ilmu Kefarmasian*. 2004 Dec;1(3):117–35. doi: <https://doi.org/10.7454/psr.v1i3.3375>
- [12] Yuliantini A, Juliana V. Penetapan Kadar Timbal (Pb) Pada Pangan Jajanan Anak Sekolah (PJAS) di Sekolah Dasar Cibiru. *Med Sains J Ilm Kefarmasian*. 2018;2(2):98–104. doi: <https://doi.org/10.37874/ms.v2i2.48>
- [13] Riyanto. Validasi dan Verifikasi. Yogyakarta: Depublish; 2014.
- [14] Endah SRN, Nofriyaldi A. Validasi Metode Analisis Cemaran Logam Berat: Timbal (Pb) Dan Kadmium (Cd) Dengan Variasi Oksidator Secara Spektrofotometri Serapan Atom Dalam Sediaan Obat Herbal. *J Pharmacopolium*. 2019;2(3):137–42. doi: <https://doi.org/10.36465/jop.v2i3.540>
- [15] Sari VY, Rahmawati PZ, Wafi A, Supryatno A. Analisis Kadar Timbal (Pb) Pada Darah Supir Angkot di Terminal Arjosari Kota Malang 2022. *J Kesehat Masy Celeb*. 2023;04(02):9–14.