

**ANALISIS KANDUNGAN LOGAM TIMBAL (Pb)  
PADA *LIP CREAM* YANG BEREDAR DI PASAR  
RAYA KOTA PADANG DENGAN METODE  
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM**

**SKRIPSI**



**Oleh :**

**WIDIYA RETNASARI**  
**NIM : 1504117**

**PROGRAM STUDI S1 FARMASI  
SEKOLAH TINGGI FARMASI INDONESIA  
PERINTIS PADANG  
2019**

## **PERNYATAAN ORISINILITAS DAN PENYERAHAN HAK CIPTA**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Widiya Retnasari  
NIM : 1504117  
Judul Skripsi : Analisis Kandungan Logam Timbal (Pb) pada *Lip Cream* yang Beredar di Pasar Raya Kota Padang dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom

Dengan ini menyatakan bahwa:

1. Skripsi yang saya tulis merupakan hasil karya saya sendiri, terhindar dari unsur plagiarisme, dan data beserta seluruh isi skripsi tersebut adalah benar adanya
2. Saya menyerahkan hak cipta dari skripsi tersebut Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia Perintis Padang untuk dapat dimanfaatkan dalam kepentingan akademis

Padang, 24 Juni 2019

Widiya Retnasari

### **Lembar Pengesahan Skripsi**

Dengan ini dinyatakan bahwa :

Nama : Widiya Retnasari

NIM : 1504117

Judul Skripsi : Analisis Kandungan Logam Timbal (Pb) pada *Lip Cream* yang Beredar di Pasar Raya Kota Padang dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom

Telah diuji dan disetujui skripsinya sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi (S.Farm) melalui ujian sarjana yang diadakan pada tanggal 24 Mei 2019 berdasarkan ketentuan yang berlaku

**Ketua Sidang**

**Verawati, M.Farm, Apt**

**Pembimbing I**

**Anggota Penguji I**

**Drs. B.A. Martinus, M.Si**

**Sanubari Relatob, M.Farm, Apt**

**Pembimbing II**

**Anggota Penguji II**

**Prof. Dr. H. Hazli Nurdin, M.Sc**

**Irwandi, M.Farm, Apt**

**Mengetahui :  
Ketua Program Studi S1 Farmasi**

**Farida Rahim, S.Si, M.Farm, Apt**

# بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

*Sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan maka apabila telah selesai (dari suatu urusan) kerjakanlah dengan sungguh-sungguh (urusan) yang lain dan hanya*

*kepada Tuhanlah hendaknya kamu berharap*

*(Qs. Alam Nasyrah: 7,9)*

*Alhamdulillah Sebuah langkah usai sudah Satu cita telah ku gapai Namun ....*

*Itu bukan akhir dari perjalanan Melainkan awal dari satu perjuangan,sepercik ilmu telah engkau karuniakan kepadaku hanya untuk mengetahui sebagian kecil dari engkau muliakan...*

*Syukur alhamdulillah ku ucapkan kepada Allah S.W.T*

*Sebuah perjalanan telah ku tempuh dengan izinmu ya Allah*

*Walau terkadang tersandung dan terjatuh.....*

*Ya Rabbi..... sujudku padamu*

*Sepercik ilmu telah aku dapat atas ridhaMu ya Allah*

*Semoga hari-hari yang cerah membentang di depanku*

*Bersama rahmat dan ridhaMu ya Allah*

*Ayah... Ibu.....*

*Tahap inipun akan berlalu.....*

*Ini berkat do'a dan air mata disetiap sujudmu...*

*Kini telah ku gapai sebuah cita-cita yang akan aku persembahkan untukmu ayah..*

*Ibu.. ku tercinta...*

*Ibu....*

*Tiada yang dapat membalas jasmamu....*

*Kau melahirkan dan membesarkan ku...*

*Do'a mu menjadikan ku bersemangat..*

*Kasih sayang mu yang membuatku menjadi kuat...*

*Kau yang selalu membimbingku...*

*Kau yang memberi penyejuk dalam hidupku..*

*Terima kasih Ibu.....*

*Ayah.....*

*tiada yang sejati yang pernah ku temui selain tulus suci kasihmu untukku ....*

*Kau yang selalu mengiringiku dengan pengorbanan, doa dan air mata.....*

*Kau yang membangunkan ku di setiap kelelapanku.....*

*Kau yang memberi semangat tanpa henti untuk perjuanganku....*

*Terima kasih ayah ku tercinta..*

*Buat adikku (Bayu dan Rendi)*

*Terima kasih atas dukungan yang engkau berikan kepadaku...*

*Engkau menjadikan ku kuat disetiap langkah ku....*

*Teruntuk semua dosen dan staf STIFI Perintis Padang, terimakasih untuk ilmu yang sangat bermanfaat dan semoga berguna dimasa yang akan datang... Teristimewa kepada bapak Drs. B.A. Martinus, M.Si dan Prof. Dr. H. Hazli Nurdin, M.Sc sebagai pembimbingku serta ibuk Verawati, M.Farm, Apt sebagai pembimbing akademik yang sudah sangat membantu, membimbing serta menasehati selama ini.*

*"For My Friend's"...*

*Ukhity Iraa, Ukhity Rika, Ukhity Tika, Ukhity Iwi, My Lactosa, dan semua penghuni  
Kos Muda Karya, terima kasih atas semangat, dukungan, canda, tawa yang kalian  
berikan untukku...*

*Suka, duka kita lalui bersama, semua kenangan itu takkan kulupakan dan juga buat semua  
angkatan 15 Quindecim yang tak bisa disebutkan namanya satu persatu, perjalanan  
panjang telah kita lalui bersama, semoga kita semua bisa dapatkan apa yang kita cita-  
citakan. Amin ya robbal'alam.*

*Hope you are all happy whenever and wherever you are...*

*And once again thanks for all who have helped and supported all this time...*

*By Widya Retnasari, S.Farm*

## **KATA PENGANTAR**

### **Bismillahirrahmanirrahim**

Syukur Alhamdulillah penulis panjatkan kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya. Sehingga penulis telah dapat menyelesaikan penelitian dan penyusunan skripsi yang berjudul **“ANALISIS KANDUNGAN LOGAM TIMBAL (Pb) PADA LIP CREAM YANG BEREDAR DI PASAR RAYA KOTA PADANG DENGAN METODE SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM”**.

Skripsi ini merupakan salah satu persyaratan untuk menyelesaikan program pendidikan sarjana strata satu pada Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia Yayasan Perintis Padang.

Dalam penulisan skripsi ini tidak terlepas dari iringan do'a tulus dan dukungan tiada hentinya yang diberikan oleh Ayahanda Eko Priyo Sambodo, Ibunda Tri Mulyani, serta adik Bayu Budi Wijaya dan Rendi Yulian Prasetyo yang sangat penulis sayangi, kasih sayang beserta do'a tulus ikhlas memberikan semangat dan dukungan yang tiada ternilai bagi penulis. Selain itu, penulis juga mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Bapak Drs. B.A Martinus, M.Si dan bapak Prof. Dr. H. Hazli Nurdin, M.Sc selaku pembimbing yang dengan penuh perhatian dan kesabaran telah berkenan meluangkan waktu, memberikan petunjuk, ilmu, nasehat, arahan serta bimbingan selama penelitian dan penyusunan skripsi ini.

2. Bapak H. Zulkarni R, S.Si, MM, Apt selaku Ketua Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia (STIFI) Yayasan Perintis Padang.
3. Ibu Verawati, M.Farm, Apt dan ibu Dr. Ifmaily, S.Si, M.Kes, Apt selaku Pembimbing akademik, yang telah memberikan bimbingan dan arahan dalam kegiatan akademis penulis di Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia (STIFI) Yayasan Perintis Padang.
4. Bapak/Ibu Dosen yang telah mendidik dan mencurahkan ilmu selama ini kepada penulis dan Staf Karyawan/karyawati serta analis labor Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia (STIFI) Yayasan Perintis Padang.
5. Rekan-rekan seperjuangan angkatan 015, sahabat-sahabat tercinta, dan Laktosa yang telah memberikan dukungan serta kata-kata motivasi yang sangat bermakna serta kepada semua pihak yang telah membantu dalam penelitian dan penyusunan skripsi ini.

Semoga Allah SWT membalas dan melimpahkan rahmat dan karunia-Nya kepada kita semua. Penulis berharap semoga skripsi ini menjadi sumbangan yang bernilai ilmu pengetahuan dan bermanfaat bagi kita semua. Kritik dan saran yang membangun sangat penulis harapkan demi perbaikan penyempurnaan skripsi ini. Akhirnya, hanya kepada Allah SWT penulis serahkan segalanya mudah-mudahan dapat bermanfaat khususnya bagi penulis dan umumnya bagi kita semua.

Padang, Juni 2019

Hormat Saya

Penulis

## **ABSTRAK**

Telah dilakukan penelitian analisis timbal (Pb) pada sediaan kosmetik *lip cream* yang beredar di Pasar Raya Kota Padang. Tujuan dari penelitian ini untuk menentukan kandungan logam berat timbal yang terdapat dalam sediaan *lip cream* yang beredar di Pasar Raya Kota Padang serta untuk melihat keamanan pada sediaan tersebut berdasarkan ketentuan BPOM. Analisis timbal dilakukan dengan metode destruksi basah dan diukur menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom pada panjang gelombang 217 nm. Sampel diambil secara acak dari *lip cream* yang tidak teregistrasi BPOM. Hasil pengujian didapatkan bahwa kadar logam berat timbal dalam sampel diperoleh kadar sebesar 13,9801 µg/g; 42,8855 µg/g; dan 77,5368 µg/g dengan kode sampel berturut-turut DS, HB, dan KB. Dari ketiga sampel tersebut, terdapat 2 sampel yang tidak aman untuk digunakan yaitu sampel HB dan KB karena kadar tersebut melebihi nilai yang ditetapkan oleh BPOM yaitu 20 ppm.

**Kata kunci :** *Lip cream*, logam timbal, Spektrofotometri Serapan Atom

## **ABSTRACT**

Lead analysis has been done on lip cream products that stock in trade at Raya Market Padang. This study aims to determine the metals Pb in contained on lip cream products that stock in trade at Raya Market Padang as well as to determine the lip cream are safe or not based on regulation by BPOM. Lead analysis was done by wet destruction method and measured using Atomic Absorption Spectrophotometric instrument with wavelength 217 nm. Samples of lip cream were collected randomly from non registration BPOM products. The result showed that lead contain in the samples are 13,9801  $\mu\text{g/g}$ ; 42,8855  $\mu\text{g/g}$ ; dan 77,5368  $\mu\text{g/g}$  with samples code DS, HB, dan KB. By all of the three samples, there are 2 samples that not safe to use which are HB and KB because the concentration samples are above the limit which has been regulated by BPOM that is 20 ppm.

**Keywords:** Lip cream, lead metal, Atomic Absorption Spectrophotometric

## DAFTAR ISI

<b>JUDUL</b> .....	<b>i</b>
<b>PERNYATAAN ORISINALITAS PENYERAHAN HAK CIPTA</b> .....	<b>ii</b>
<b>PENGESAHAN</b> .....	<b>iii</b>
<b>PERSEMBAHAN</b> .....	<b>iv</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>vii</b>
<b>ABSTRAK</b> .....	<b>ix</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>x</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>xi</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>xiii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>xiv</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	<b>xv</b>
<b>BAB I. PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	3
1.3 Tujuan Penelitian .....	3
1.4 Manfaat Penelitian .....	3
<b>BAB II. TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	<b>4</b>
2.1 Kosmetik .....	4
2.1.1 Pengertian Kosmetik .....	4
2.1.2 Kosmetik Dekoratif .....	4
2.2 <i>Lip Cream</i> .....	5
2.3 Logam Berat .....	6
2.3.1 Pengertian Logam Berat .....	6
2.3.2 Logam Timbal .....	8
2.3.3 Penggunaan Logam Timbal.....	9
2.3.4 Efek Toksik Logam Timbal .....	9
2.3.5 Metabolisme Timbal dalam Tubuh .....	12
2.3.6 Tingkat Timbal Normal dalam Darah .....	13
2.3.7 Logam Timbal pada Lipstik .....	14
2.4 Metode Destruksi .....	15
2.4.1 Destruksi Basah.....	15
2.4.2 Destruksi Kering.....	16
2.5 Spektrofotometri Serapan Atom .....	17
2.5.1 Prinsip Dasar Analisa SSA .....	18
2.5.2 Instrumentasi .....	18
2.6 Validasi Metode .....	20
2.6.1 Pengertian Validasi Metode .....	20
2.6.2 Parameter Validasi Metode .....	21
<b>BAB III. PELAKSANAAN PENELITIAN</b> .....	<b>23</b>

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian .....	23
3.2 Alat dan Bahan .....	23
3.2.1 Alat.....	23
3.2.2 Bahan .....	23
3.3 Prosedur dan Cara Kerja .....	23
3.3.1 Pengambilan Sampel .....	23
3.3.2 Pemeriksaan Organoleptis dan Homogenitas Sampel .....	24
3.3.3 Preparasi Sampel .....	24
3.3.4 Pemeriksaan Kualitatif .....	24
3.3.5 Pembuatan Larutan Standar Timbal.....	25
3.3.6 Pengukuran Serapan Larutan Standar Timbal .....	25
3.3.7 Pengukuran Kadar Logam dalam Sampel .....	26
3.3.8 Penentuan Kadar Pb dalam Sampel .....	26
3.3.9 Penentuan Batas Deteksi dan Batas Kuantifikasi .....	26
3.3.10 Presisi .....	27
3.3.11 Akurasi.....	27
<b>BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>28</b>
4.1 Hasil .....	28
4.2 Pembahasan.....	29
<b>BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN.....</b>	<b>35</b>
5.1 Kesimpulan .....	35
5.2 Saran .....	35
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>36</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>39</b>

## DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Kategori Timbal dalam Darah Orang Dewasa .....	13
2. Persyaratan Cemarkan Mikroba dan Logam berat dalam Kosmetik .....	15
3. Hasil Pengukuran Absorban Larutan Standar Timbal (II) Nitrat pada $\lambda = 217 \text{ nm}$ .....	32
4. Hasil Analisa Kualitatif Sampel terhadap Logam Timbal .....	42
5. Hasil Perhitungan Persamaan Regresi Linier dari Kurva Kalibrasi Larutan Standar Timbal (II) Nitrat .....	46
6. Perhitungan Batas Deteksi dan Batas Kuantifikasi Timbal (II) Nitrat .....	48
7. Pengukuran Kadar Timbal pada Sediaan <i>Lip Cream</i> dengan Spektrofotometer Serapan Atom $\lambda = 217 \text{ nm}$ .....	50
8. Hasil Presisi intraday dengan Spektrofotometer Serapan Atom .....	52
9. Hasil Presisi interday dengan Spektrofotometer Serapan Atom .....	52
10. Penentuan Akurasi (% Recovery) pada sampel.....	54
11. Persyaratan Cemarkan Logam Berat Dalam Kosmetik Menurut 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.....	57

## DAFTAR GAMBAR

### Gambar

#### Halaman

1. Komponen-komponen Spektrofotometer Serapan Atom.....	18
2. Kurva Kalibrasi Larutan Standar Timbal (II) Nitrat .....	32
3. <i>Lip Cream</i> Merek KB .....	39
4. <i>Lip Cream</i> Merek DS .....	39
5. <i>Lip Cream</i> Merek HB .....	39
6. Skema Kerja Destruksi Basah dan Identifikasi Pb dalam Sampel.....	40
7. Proses Destruksi Sampel.....	41
8. Hasil Sampel Setelah Destruksi .....	41
9. Analisa kualitatif <i>Lip Cream</i> + H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> .....	43
10. Analisa kualitatif <i>Lip Cream</i> + NaOH .....	43
11. Analisa kualitatif <i>Lip Cream</i> + HCl .....	43
12. Skema Pengukuran Larutan Standar Pb dengan Spektrofotometer Serapan Atom Menggunakan Lampu Katoda Pb .....	44
13. Skema Penentuan kadar Pb dalam Sampel .....	45
14. Alat Spektrofotometri Serapan Atom .....	56

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Sampel <i>Lip Cream</i> .....	39
2. Skema Kerja Destruksi Sampel dan Identifikasi Pb dalam Sampel.....	40
3. Proses Destruksi Sampel .....	41
4. Analisa Uji Kualitatif Sampel .....	42
5. Gambar Analisa Kualitatif .....	43
6. Skema Pengukuran Larutan Standar Pb dengan Spektrofotometer Serapan Atom Menggunakan Lampu Katoda Pb.....	44
7. Skema Penentuan kadar Pb dalam Sampel .....	45
8. Persamaan Regresi Linear dari Kurva Kalibrasi Larutan Standar Timbal (II) Nitrat.....	46
9. Perhitungan Batas Deteksi dan Batas Kuantifikasi Timbal (II) Nitrat.....	48
10. Penentuan Kadar Timbal pada Sediaan <i>Lip Cream</i> dengan Spektrofotometer Serapan Atom $\lambda = 217 \text{ nm}$ .....	50
11. Penentuan Presisi dengan Spektrofotometer Serapan Atom.....	52
12. Penentuan Akurasi dengan Spektrofotometer Serapan Atom.....	54
13. Alat Spektrofotometer Serapan Atom.....	56
14. Persyaratan Cemar Logam Berat Dalam Kosmetik .....	57

## BAB I. PENDAHULUAN

### 1.1. Latar Belakang

Kosmetika adalah bahan atau sediaan yang dimaksudkan untuk digunakan pada bagian luar tubuh manusia (epidermis, rambut, kuku, bibir dan organ genital bagian luar) atau gigi dan membran mukosa mulut terutama untuk membersihkan, mewangikan, mengubah penampilan dan atau memperbaiki bau badan atau melindungi atau memelihara tubuh pada kondisi baik (BPOM, 2003).

Salah satu kosmetik yang diminati kalangan wanita yaitu sediaan pewarna bibir. Preparat pewarna bibir dalam bentuk cair atau krim dari waktu ke waktu muncul di pasaran (Tranggono, 2007). *Lip cream* merupakan sediaan lipstik berbentuk cair yang banyak diminati oleh konsumen karena dapat melembabkan

bibir dalam waktu yang lama dibandingkan dalam bentuk padat (Asyifaa *et al.*, 2017). *Lip cream* menjadi kosmetik pewarna bibir yang sedang populer dikalangan wanita remaja maupun wanita dewasa saat ini. Hal ini disebabkan karena *lip cream* dapat membuat bibir menjadi lebih mengkilap serta menghasilkan warna yang lebih homogen atau merata pada bibir (Butler, 2000). *Lip cream* digunakan untuk mewarnai bibir sehingga tidak boleh menyebabkan iritasi pada bibir dan harus aman dan tidak mengandung bahan-bahan berbahaya yang melebihi batas yang telah ditetapkan.

Pada kosmetik, timbal sering ditemukan pada lipstik, *eye shadow*, dan *eye liner*. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Ziaratti *et al.*, (2012) bahwa kadar timbal tertinggi terdapat pada lipstik warna merah muda sebesar  $\pm 40 \mu\text{g/g}$  sedangkan berdasarkan penelitian Khalid *et al.*, (2013) bahwa kadar timbal tertinggi pada lipstik warna coklat tua yaitu  $\pm 4 \mu\text{g/g}$ . Berdasarkan penelitian Nursidika *et al.*, (2018) dari sepuluh sampel lipstik yang diperoleh dari Pasar Minggu kota Cimahi diperoleh hasil konsentrasi timbal dalam lipstik antara 19,51- 56 ppm, dimana kadar timbal dalam delapan sampel melebihi nilai ambang batas yang dipersyaratkan BPOM yaitu  $< 20 \text{ mg/kg}$  atau  $< 20 \text{ mg/L}$  (20 bpj).

Timbal mulai dimanfaatkan dalam bidang kosmetik sebagai salah satu zat pembuatan sediaan kosmetik terutama pada lipstik karena logam tersebut dapat memberikan warna yang mengkilat dan cerah pada lipstik (Effendi *et al.*, 2014). Timbal juga dapat ditemukan sebagai pengotor atau cemaran dari pigmen atau bahan baku yang digunakan. Menurut Nourmoradi *et al.*, (2013) lipstik dapat terkontaminasi oleh timbal disebabkan karena bahan dasar yang digunakan secara alami mengandung logam berat atau tercemar selama proses produksi. Bahan

dasar yang digunakan secara alami mengandung timbal seperti pada *beeswax* yang mengandung Pb  $\leq 10$  ppm. Pewarna yang digunakan mengandung timbal seperti *iron oxide* yang mengandung timbal  $\leq 10$  ppm (Rowe *et al.*, 2009). Menurut Hepp *et al.*, (2009) kontaminasi timbal pada lipstik mungkin berasal dari *solder* timbal atau pada peralatan yang digunakan untuk produksi lipstik.

Timbal pada *lip cream* dapat ikut tertelan bersama makanan atau minuman yang dikonsumsi. Apabila terabsorpsi, logam berat akan masuk ke dalam darah dan menyerang organ-organ tubuh sehingga mengakibatkan berbagai penyakit (Erasiska, 2015). Masuknya timbal ke dalam tubuh terabsorpsi sangat lambat, sehingga terjadi penumpukan dan menjadi dasar timbulnya keracunan (Jaya *et al.*, 2013).

Dalam menganalisis kuantitatif unsur-unsur logam berat dapat dilakukan dengan menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom. Metode ini cocok untuk analisis logam karena mempunyai kepekaan yang tinggi (batas deteksi kurang dari 1 ppm), pelaksanaannya relatif sederhana dan interferensinya sedikit (Rohman, 2007).

Berdasarkan hal-hal di atas, maka dilakukan penelitian tentang analisis kandungan logam timbal (Pb) pada *lip cream* yang beredar di Pasar Raya Kota Padang dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom.

## **1.2. Rumusan Masalah**

1. Apakah *lip cream* berwarna merah muda yang beredar di Pasar Raya Kota Padang mengandung logam timbal?

2. Apakah kandungan timbal pada *lip cream* merah muda yang beredar di Pasar Raya Kota Padang sesuai dengan kadar yang telah ditetapkan BPOM RI Nomor HK.03.1.23.07.11.6662?

### **1.3. Tujuan Penelitian**

1. Mengetahui kandungan timbal pada *lip cream* berwarna merah muda yang beredar di Pasar Raya Kota Padang.
2. Mengetahui kandungan timbal pada *lip cream* merah muda yang beredar di Pasar Raya Kota Padang sesuai dengan kadar yang telah ditetapkan BPOM RI Nomor HK.03.1.23.07.11.6662

### **1.4. Manfaat Penelitian**

1. Memberikan informasi kepada masyarakat agar lebih selektif dalam upaya pemilihan *lip cream* yang aman untuk digunakan.
2. Sebagai referensi untuk penelitian lain.

## **BAB II. TINJAUAN PUSTAKA**

### **2.1 Kosmetik**

#### **2.1.1. Pengertian Kosmetik**

Kosmetik adalah sediaan atau paduan bahan yang siap untuk digunakan pada bagian luar badan seperti epidermis, rambut, kuku, bibir, gigi, dan rongga mulut antara lain untuk membersihkan, menambah daya tarik, mengubah penampilan, melindungi supaya tetap dalam keadaan baik, memperbaiki bau badan tetapi tidak dimaksudkan untuk mengobati atau menyembuhkan suatu penyakit (Tranggono, 2007).

Kosmetik menurut Peraturan Menteri Kesehatan RI No. 220/MenKes/Per/X/1976 tanggal 6 september 1976 menyatakan bahwa kosmetika adalah bahan atau campuran bahan untuk digosokkan, dilekatkan, dituangkan, dipercikkan, atau disemprotkan, dimasukkan ke dalam, dipergunakan pada badan atau bagian badan manusia dengan maksud untuk membersihkan, memelihara, menambah daya tarik atau mengubah rupa, dan tidak termasuk golongan obat (Wasitaatmadja, 1997)

### **2.1.2. Kosmetik Dekoratif**

Kosmetik dekoratif hanya melekat pada alat tubuh yang dirias dan tidak bermaksud untuk diserap kedalam kulit serta merubah secara permanen kekurangan (cacat) yang ada. Dengan demikian kosmetik dekoratif akan terdiri atas bahan dasar dengan pelengkap bahan pembuat stabil dan parfum (Wasitaatmadja, 1997).

Dalam pengembangan dan pembuatan kosmetik dekoratif menggunakan zat warna. Bahan kimia dalam pewarna yang digunakan dalam kosmetik memiliki pengaruh yang besar terhadap jenis produk yang digunakan. Pigmen dapat didefinisikan sebagai senyawa kimia berwarna atau putih yang tidak larut dalam cairan. Secara kimia pigmen dapat dibagi menjadi dua kelompok utama: pigmen organik dengan warna yang sangat terang dan pigmen anorganik dengan warna yang relatif pudar (Butler, 2000).

Persyaratan untuk kosmetik dekoratif antara lain (Tranggono, 2007):

- a. Warna yang menarik.
- b. Bau harum yang menyenangkan.
- c. Tidak lengket.

- d. Tidak menyebabkan kulit tampak berkilau.
- e. Tidak merusak atau mengganggu kulit

## 2.2 *Lip Cream*

Kosmetika rias bibir selain untuk merias bibir ternyata disertai juga dengan bahan untuk meminyaki dan melindungi bibir dari lingkungan yang merusak, misalnya sinar ultraviolet. Ada beberapa macam kosmetika rias bibir, yaitu:

- a. Lipstik dan *lip crayon*
- b. Krim bibir (*lip cream*) dan pengkilat bibir (*lip gloss*)
- c. Penggaris bibir (*lip liner*) dan *lip sealers*. (Tranggono, 2007)

Menurut Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat Dan Makanan Republik Indonesia Nomor 34 Tahun 2013 Tentang Perubahan Atas Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat Dan Makanan Nomor Hk.03.1.23.12.10.11983 Tahun 2010 Tentang Kriteria Dan Tata Cara Pengajuan Notifikasi Kosmetika, sediaan perawatan dan rias bibir dibagi menjadi *lip color*, *lip liner*, *lip gloss*, dan *lip care*. *Lip color* merupakan sediaan kosmetika yang digunakan untuk mewarnai bibir. Salah satu sediaan yang termasuk *lip color* yaitu *lip cream*.

*Lip cream* merupakan sediaan lipstik berbentuk cair yang banyak diminati oleh konsumen karena dapat melembabkan bibir dalam waktu yang lama dibandingkan dalam bentuk padat (Asyifaa *et al.*, 2017). Make up bibir cair modern ini terdiri dari bahan pembentuk lapisan/film di permukaan bibir, bahan *plasticizers*, zat-zat warna, dan pelarut (Tranggono, 2007). Pelarut yang digunakan adalah etil alkohol. Pembentuk film dapat berupa etil selulosa, polivinil alkohol dan polivinil asetat. *Plasticizer* yang dapat digunakan yaitu trietil sitrat, dioktil asetat, metil abietat atau polietilen glikol. Zat warna yang digunakan

adalah *fluorescein* yang terhalogenasi alkohol dan juga pewarna larut alkohol lainnya (Wilkinson *et al.*, 1982).

*Lip cream* membuat bibir lebih mengkilap serta menghasilkan warna yang lebih homogen atau merata pada bibir (Butler, 2000). Hal ini disebabkan kadar minyak yang tinggi dalam *lip cream* dapat membantu melembabkan bibir. Jenis lipstik ini cenderung mengandung lebih banyak kandungan lilin sehingga dapat berfungsi sebagai pelindung bibir dari sinar matahari langsung (Tranggono, 2007).

## **2.3. Logam Berat**

### **2.3.1. Pengertian Logam Berat**

Logam berat didefinisikan sebagai logam yang mempunyai nomor atom lebih besar dari besi (Fe), dan mempunyai densitas lebih dari 5 g/cm<sup>3</sup>. (Notodarmojo, 2005).

Menurut Palar (1994) logam berat merupakan bahan kimia golongan logam yang sama sekali tidak dibutuhkan oleh tubuh, di mana jika masuk ke dalam tubuh organisme hidup dalam jumlah yang berlebihan akan menimbulkan efek negatif terhadap fungsi fisiologis tubuh. Logam berat yang masuk ke dalam tubuh dalam jumlah kecil akan berakumulasi di dalam tubuh, sehingga pada suatu saat juga dapat menimbulkan efek negatif dan gangguan kesehatan.

Ochiai, seorang ahli kimia, telah mengelompokkan mekanisme keracunan oleh logam kedalam 3 (tiga) kategori yaitu:

- a. Memblokir atau menghalangi kerja gugus fungsi biomolekul yang esensial untuk proses-proses biologi, seperti protein dan enzim.

- b. Menggantikan ion-ion logam esensial yang terdapat dalam molekul terkait.
- c. Mengadakan modifikasi atau perubahan bentuk dari gugus-gugus aktif yang dimiliki oleh biomolekul.

Logam berat ini dapat menimbulkan efek kesehatan bagi manusia tergantung pada bagian mana logam berat tersebut terikat dalam tubuh. Apabila kepekatan logam-logam ini tinggi dari biasa, logam-logam ini akan menjadi suatu ancaman bagi kesehatan manusia jika memasuki rantai makanan.

Berdasarkan sudut pandang toksikologi, logam berat ini dapat dibagi dalam dua jenis. Jenis pertama adalah logam berat esensial, di mana keberadaannya dalam jumlah tertentu sangat dibutuhkan oleh organisme hidup, namun dalam jumlah yang berlebihan dapat menimbulkan efek racun. Contoh logam berat ini adalah Zn, Cu, Fe, Co, Mn, Ni dan sebagainya. Sedangkan jenis kedua adalah logam berat tidak esensial atau beracun, di mana keberadaannya dalam tubuh masih belum diketahui manfaatnya atau bahkan dapat bersifat racun, seperti Hg, Cd, Pb, Cr dan lain-lain. (Yudo, 2006).

### **2.3.2. Logam Timbal (Pb)**

Timbal pada awalnya adalah logam berat yang secara alami terdapat di dalam kerak bumi. Timbal jarang ditemukan di alam dalam keadaan bebas melainkan dalam bentuk senyawa dengan molekul lain, misalnya dalam bentuk  $PbBr_2$  dan  $PbCl_2$  (Gusnita, 2012). Namun timbal juga bisa berasal dari kegiatan manusia bahkan mampu mencapai jumlah 300 kali lebih banyak dibandingkan timbal alami.

Timbal memiliki titik lebur rendah, mudah dibentuk, memiliki sifat kimia yang aktif, sehingga bisa digunakan untuk melapisi logam agar tidak timbul perkaratan. Apabila dicampur dengan logam lain akan terbentuk logam campuran yang lebih bagus daripada logam murninya. Timbal adalah logam lunak berwarna abu-abu kebiruan mengkilat. Timbal meleleh pada suhu 328°C, titik didih 1740 °C dan memiliki gravitasi 11,34 dengan berat atom 207,20 (Widowati *et al.*, 2008).

Logam timbal atau Pb memiliki sifat – sifat yang khusus seperti berikut (Palar, 1994):

- a. Merupakan logam yang lunak, sehingga dapat dipotong dengan menggunakan pisau atau dengan tangan dan dapat dibentuk dengan mudah
- b. Merupakan logam yang tahan terhadap peristiwa korosi atau karat, sehingga logam timbal sering digunakan sebagai bahan coating.
- c. Mempunyai kerapatan yang lebih besar dibandingkan dengan logam – logam biasa, kecuali emas dan merkuri.
- d. Merupakan penghantar listrik yang tidak baik.

### **2.3.3. Penggunaan Logam Timbal (Pb)**

Timbal dan persenyawaannya banyak digunakan dalam berbagai berbagai bidang. Dalam industri baterai, timbal digunakan sebagai *grid* yang merupakan alloy (suatu persenyawaan) dengan logam bismut (Pb-Bi) dengan perbandingan 93:7. Timbal digunakan pula sebagai zat warna yaitu Pb karbonat sebagai zat warna putih dan Pb kromat sebagai krom kuning, krom jingga, krom merah dan krom hijau (Palar,1994).

Logam timbal banyak digunakan sebagai bahan pengemas, saluran air, alat-alat rumah tangga dan hiasan. Dalam bentuk oksida timbal digunakan sebagai pigmen/zat warna dalam industri kosmetik dan *glace* serta industri keramik yang sebagian diantaranya digunakan dalam peralatan rumah tangga (Gusnita, 2012).

Timbal merupakan salah satu zat yang dicampurkan ke dalam bahan bakar (premium atau premix), yaitu  $(C_2H_5)_4 Pb$  atau TEL (*Tetra Ethyl Lead*) yang digunakan sebagai bahan aditif, yang berfungsi meningkatkan angka oktan (Widowati *et al.*, 2008).

#### **2.3.4. Efek Toksik Logam Timbal (Pb)**

Keracunan yang ditimbulkan oleh persenyawaan logam Pb dapat terjadi karena masuknya persenyawaan logam tersebut dalam tubuh. Timbal dapat terakumulasi dalam setiap makhluk hidup dan keseluruhan rantai makanan. Manusia dapat terkontaminasi logam berbahaya ini melalui makanan (65%), air (20%), maupun udara (15%) .

Logam Pb tidak dibutuhkan oleh manusia, sehingga bila makanan tercemar oleh logam tersebut, tubuh akan mengeluarkannya sebagian. Sisanya akan terakumulasi pada bagian tubuh tertentu seperti ginjal, hati, kuku, jaringan lemak, dan rambut (Agustina, 2014).

Timbal dalam tubuh terikat dengan gugus  $-SH$  molekul protein sehingga menghambat aktivitas kerja sistem enzim. Timbal mengganggu sistem sintesis Hb. Komponen utama Hb adalah hem yang disintesis dari glisin dan suksinil koenzim A (KoA) dengan piridoksal sebagai kofaktor, setelah beberapa langkah bergabung dengan Fe membentuk hem, dimana langkah awal dan akhir terjadi di mitokondria, sedangkan langkah antara terjadi di sitoplasma. Enzim yang terlibat

dalam pembentukan hem yang paling rentan terhadap timbal adalah asam  $\delta$ -aminolevulinat dehidratase (ALAD) dan hem sintase (HS). Enzim yang kurang peka terhadap timbal adalah asam  $\delta$ -aminolevulinat sintetase (ALAS), uroporfirinogen dekarboksilase (UROD), dan koproporfirinogen oksidase (COPROD). Penghambatan sintesis Hb mengakibatkan terjadinya anemia. Senyawa timbal dalam tubuh akan mengikat gugus aktif enzim ALAD sehingga mengakibatkan pembentukan porfobilinogen dan tidak berlanjutnya proses reaksi. Keracunan akibat kontaminasi logam timbal bisa menimbulkan berbagai macam hal, seperti meningkatnya kadar ALAD dalam darah dan urin, meningkatnya kadar *protoporphin* dalam sel darah merah, memperpendek umur sel darah merah, menurunkan jumlah sel darah merah dan kadar sel-sel darah merah yang masih muda (retikulosit), serta meningkatkan kandungan logam Fe dalam plasma darah (Widowati *et al.*, 2008).

Pada jaringan atau organ tubuh, logam Pb akan terakumulasi pada tulang, karena logam ini dalam bentuk ion ( $Pb^{2+}$ ) mampu menggantikan keberadaan ion  $Ca^{2+}$  (kalsium) yang terdapat dalam jaringan tulang. Disamping itu, pada wanita hamil logam timbal dapat melewati plasenta dan kemudian akan ikut masuk dalam sistem peredaran darah janin dan selanjutnya setelah bayi lahir, timbal akan dikeluarkan bersama dengan air susu (Palar, 1994).

Dampak kronis dari keterpaparan timbal diawali dengan kelelahan, kelesuan, iritabilitas, dan gangguan gastrointestinal. Keterpaparan yang terus-menerus pada sistem syaraf pusat menunjukkan gejala insomnia (susah tidur), bingung atau pikiran kacau, konsentrasi berkurang, dan gangguan ingatan. Beberapa gejala lain yang diakibatkan keterpaparan timbal secara kronis di

antaranya adalah kehilangan libido, infertilitas pada laki-laki, gangguan menstruasi, serta aborsi spontan pada wanita. Pada laki-laki telah terbukti adanya perubahan dalam spermatogenesis, baik dalam jumlah, gerakan, dan bentuk spermatozoa, semuanya mempunyai nilai yang lebih rendah dari standar normal (Naria, 2005).

Menurut Widowati *et al.*, (2008) toksisitas akut bisa terjadi jika timbal masuk kedalam tubuh seseorang melalui makanan atau menghirup gas timbal dalam waktu yang relatif pendek dengan dosis atau kadar yang relatif tinggi. Gejala dan tanda-tanda klinis akibat paparan timbal secara akut bisa menimbulkan beberapa gejala, antara lain :

- a. Gangguan gastrointestinal, seperti kram perut, kolik, dan biasanya diawali dengan sembelit, mual, muntah-muntah, dan sakit perut yang hebat.
- b. Gangguan neurologi berupa ensefalopati seperti sakit kepala, bingung atau pikiran kacau, sering pingsan dan koma
- c. Gangguan fungsi ginjal, oliguria, dan gagal ginjal yang akut bisa berkembang dengan cepat.

### **2.3.5. Metabolisme Pb dalam Tubuh**

Timbal (Pb) adalah logam yang bersifat toksik terhadap manusia. Orang dewasa mengabsorpsi sebesar 5-15% dari keseluruhan Pb yang dicerna, sedangkan anak-anak mengabsorpsi Pb lebih besar, yaitu 41,5%.

Timbal yang terabsorpsi akan didistribusikan ke sel darah, jaringan lunak dan tulang (Ardillah, 2016). Timbal juga akan didistribusikan ke darah, cairan ekstraselular, dan beberapa tempat deposit. Tempat deposit timbal berada di

jaringan lunak (hati, ginjal, dan syaraf) dan jaringan mineral (tulang dan gigi). Timbal yang terakumulasi dalam skeleton (tulang) diperkirakan sekitar 90% dari jumlah keseluruhan. Tulang berfungsi sebagai tempat penyimpanan karena sifat ion  $Pb^{2+}$  yang hampir sama dengan  $Ca^{2+}$ .  $Pb^{2+}$  yang berkumpul dalam skeleton kemungkinan dapat diremobilisasi ke bagian-bagian tubuh lainnya lama setelah absorpsi awal (Fardiaz dalam Naria, 2005).

Ekskresi Pb melalui beberapa cara, yang terpenting adalah melalui ginjal dan saluran cerna. Ekskresi Pb melalui urine sebanyak 75-80%, melalui feses 15% dan lainnya melalui empedu, keringat, rambut dan kuku (Palar, 1994). Menurut Nordberg dalam Ardyanto (2005), pada umumnya ekskresi Pb berjalan sangat lambat. Ekskresi yang lambat ini menyebabkan Pb mudah terakumulasi dalam tubuh, baik pada pajanan okupasional maupun non okupasional.

Waktu paruh timbal (Pb) dalam eritosit adalah selama 35 hari, dalam jaringan ginjal dan hati selama 40 hari, sedangkan waktu paruh dalam tulang adalah selama 30 hari. Tingkat ekskresi timbal melalui sistem urinaria adalah sebesar 76%, gastrointestinal 16 % dan rambut, kuku, serta keringat sebesar 8 % (Widowati *et al.*, 2008).

### **2.3.6. Tingkat Timbal Normal dalam Darah**

Pada manusia dewasa jumlah konsentrasi timbal dalam darah tidak sama, maka konsentrasi timbal dalam darah dapat digolongkan ke dalam empat kategori. Bila manusia terpapar oleh timbal dalam batasan normal atau dalam batasan toleransi, maka daya racun yang dimiliki oleh timbal tidak akan bekerja dan tidak menimbulkan pengaruh. Tetapi bila jumlah yang diserap telah mencapai batas

ambang batas atau bahkan melebihi batas ambang, maka individu yang terpapar akan memperlihatkan gejala keracunan timbal.

Umur dan jenis kelamin turut mempengaruhi kandungan timbal dalam jaringan tubuh seseorang. Semakin tua umur seseorang, akan semakin tinggi pula konsentrasi timbal yang terakumulasi pada jaringan tubuhnya. Jenis jaringan juga turut mempengaruhi kadar timbal yang terkandung. Dalam jaringan otak, kadar timbal yang ada tidak sama dengan kadar timbal yang terdapat dalam paru-paru ataupun ginjal (Palar, 1994).

**Tabel 1. Kategori Timbal Dalam Darah Orang Dewasa**

Kategori	$\mu\text{g Pb/ 100 ml}$ Darah	Deksripsi
A ( Normal )	< 40	Tidak terkena paparan atau paparan tingkat normal
B ( Dapat Ditoleransi )	40 – 80	Pertambahan penyerapan dari keadaan terpapar tetapi masih bisa ditoleransi
C ( Berlebih )	80 – 120	Kenaikan penyerapan dari keterpaparan yang banyak dan mulai memperlihatkan tanda-tanda keracunan
D ( Tingkat Bahaya )	>120	Penyerapan mencapai tingkat bahaya dengan tanda-tanda keracunan ringan sampai berat

Sumber : Palar, 1994

### 2.3.7. Logam Timbal (Pb) pada Lipstik

Pada kosmetik, timbal sering ditemukan pada lipstik, *eye shadow*, dan *eye liner*. Menurut Nourmoradi *et al.*, (2013) lipstik dapat terkontaminasi oleh timbal disebabkan karena bahan dasar yang digunakan secara alami mengandung logam berat atau tercemar selama produksi. Bahan dasar yang digunakan secara alami mengandung timbal seperti pada *beeswax* yang mengandung Pb  $\leq 10$  ppm. Pewarna yang digunakan mengandung timbal seperti *iron oxide* yang

mengandung timbal  $\leq 10$  ppm (Rowe *et al.*, 2009). Menurut Hepp *et al.*, (2009) kontaminasi timbal pada lipstik mungkin berasal dari *solder* timbal atau pada peralatan yang digunakan untuk produksi lipstik.

Beberapa penelitian telah dilakukan untuk mengetahui kandungan logam berat timbal pada lipstik. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Ziarati *et al.*, (2012) bahwa kadar timbal tertinggi terdapat pada lipstik warna merah muda ( $\pm 40 \mu\text{g/g}$ ). Menurut penelitian Ariyani *et al.*, (2017) ditemukan lipstik yang beredar di kota Surakarta mengandung timbal pada kisaran  $1,51 \mu\text{g/g}$  hingga  $4,79 \mu\text{g/g}$  yang berarti lipstik tersebut masih berada dibawah batas maksimum yang diperbolehkan oleh BPOM RI yaitu  $< 20 \text{ mg/kg}$  atau  $< 20 \text{ mg/L}$  (20 bpj).

Berdasarkan ketentuan dalam 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 Cemar Mikroba dan Logam Berat dalam Kosmetika, sebagai berikut :

**Tabel 2. Persyaratan cemaran mikroba dan logam berat dalam kosmetika**

<b>Jenis Cemaran</b>	<b>Persyaratan</b>
Merkuri (Hg)	tidak lebih dari 1 mg/kg atau 1 mg/L (1 bpj)
Timbal (Pb)	tidak lebih dari 20 mg/kg atau 20 mg/L (20 bpj)
Arsen (As)	tidak lebih dari 5 mg/kg atau 5 mg/L (5 bpj)
Kadmium (Cd)	tidak lebih dari 5 mg/kg atau 5 mg/L (5 bpj)

Sumber : (BPOM, 2014)

## 2.4 Metode Destruksi

Destruksi merupakan suatu perlakuan pemecahan senyawa menjadi unsur-unsurnya sehingga dapat dianalisis. Istilah destruksi ini disebut juga perombakan, yaitu dari bentuk logam organik menjadi bentuk logam-logam anorganik. Pada dasarnya ada dua jenis destruksi yang dikenal dalam ilmu kimia yaitu destruksi basah (oksida basah) dan destruksi kering (oksida kering). Kedua destruksi ini memiliki teknik pengerjaan dan lama pemanasan atau pendestruksian yang berbeda (Kristianingrum, 2012).

#### **2.4.1 Destruksi Basah**

Destruksi basah adalah perombakan sampel dengan asam-asam kuat baik tunggal maupun campuran, kemudian dioksidasi dengan menggunakan zat oksidator. Pelarut-pelarut yang dapat digunakan untuk destruksi basah antara lain asam nitrat, asam sulfat, asam perklorat, dan asam klorida. Kesemua pelarut tersebut dapat digunakan baik tunggal maupun campuran. Kesempurnaan destruksi ditandai dengan diperolehnya larutan jernih pada larutan destruksi, yang menunjukkan bahwa semua konstituen yang ada telah larut sempurna atau perombakan senyawa-senyawa organik telah berjalan dengan baik. Senyawa-senyawa garam yang terbentuk setelah destruksi merupakan senyawa garam yang stabil dan disimpan selama beberapa hari. Pada umumnya pelaksanaan kerja destruksi basah dilakukan secara metode Kjeldhal. Dalam usaha pengembangan metode telah dilakukan modifikasi dari peralatan yang digunakan (Raimon dalam Kristianingrum, 2012).

Destruksi basah pada prinsipnya adalah penggunaan asam nitrat untuk mendestruksi zat organik pada suhu rendah dengan maksud mengurangi kehilangan mineral akibat penguapan. Pada tahap selanjutnya, proses seringkali

berlangsung sangat cepat akibat pengaruh asam perklorat atau hidrat peroksida. Destruksi basah pada umumnya digunakan untuk menganalisa arsen, tembaga, timah hitam, timah putih, dan zink (Muchtadi dalam Nuriadi, 2013).

#### **2.4.2. Destruksi Kering**

Destruksi kering merupakan perombakan logam organik di dalam sampel menjadi logam-logam anorganik dengan jalan pengabuan sampel dalam muffle furnace dan memerlukan suhu pemanasan tertentu. Pada umumnya dalam destruksi kering ini dibutuhkan suhu pemanasan antara 400-800°C, tetapi suhu ini sangat tergantung pada jenis sampel yang akan dianalisis. Untuk menentukan suhu pengabuan dengan system ini terlebih dahulu ditinjau jenis logam yang akan dianalisis. Bila oksida-oksida logam yang terbentuk bersifat kurang stabil, maka perlakuan ini tidak memberikan hasil yang baik. Untuk logam Fe, Cu, dan Zn oksidanya yang terbentuk adalah Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, FeO, CuO, dan ZnO. Semua oksida logam ini cukup stabil pada suhu pengabuan yang digunakan. Oksida-oksida ini kemudian dilarutkan ke dalam pelarut asam encer baik tunggal maupun campuran, setelah itu dianalisis menurut metode yang digunakan (Kristianingrum, 2012).

### **2.5 Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)**

Peristiwa serapan atom pertama kali diamati oleh Fraunhofer, ketika mengamati garis-garis hitam pada spektrum matahari. Spektroskopi serapan atom pertama kali digunakan pada tahun 1995 oleh Walsh. Sesudah itu tidak kurang dari 65 unsur diteliti dan dapat dianalisis dengan cara tersebut. Spektroskopi 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 interferensinya sedikit.

Spektroskopi serapan atom didasarkan pada penyerapan energi sinar oleh atom-atom netral, dan sinar yang diserap biasanya sinar tampak atau sinar ultraviolet. Dalam garis besarnya prinsip spektroskopi serapan atom sama saja dengan spektrofotometri sinar tampak dan ultraviolet. Perbedaan terletak pada bentuk spektrum, cara pengerjaan sampel dan peralatannya. Atom-atom akan menyerap cahaya pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat unsurnya. Sebagai contoh, natrium menyerap pada 589 nm, uranium pada 358,5 nm, sementara kalium menyerap pada panjang gelombang 766,5 nm. Cahaya pada panjang gelombang ini mempunyai cukup energi untuk mengubah tingkat elektronik suatu atom yang mana transisi elektronik suatu atom bersifat spesifik. Dengan menyerap suatu energi, maka atom akan memperoleh energi sehingga suatu atom pada keadaan dasar dapat ditingkatkan energinya ke tingkat eksitasi (Rohman, 2007).

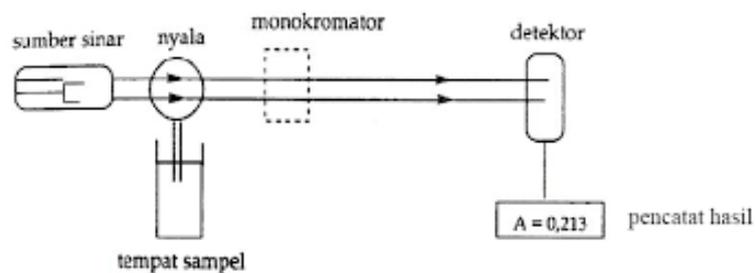
### **2.5.1. Prinsip Dasar Analisa SSA**

Metode Spektroskopi Serapan Atom (SSA) didasarkan pada prinsip absorpsi cahaya oleh atom. (Rohman, 2007). Jika suatu larutan yang mengandung garam logam (atau suatu senyawa logam) dihembuskan kedalam suatu nyala, maka dapatlah terbentuk uap yang mengandung atom-atom logam itu. Beberapa atom logam dalam gas ini dapat dieksitasi ke tingkatan energi yang cukup tinggi. Tetapi, jumlah yang jauh lebih besar dari atom logam bentuk gas itu normalnya

tetap berada dalam keadaan tak tereksitasi, atau dalam keadaan dasar. Atom-atom keadaan dasar ini mampu menyerap energi cahaya yang panjang gelombang resonansi khas untuknya (Vogel, 1994). Penyerapan cahaya ini berlangsung pada panjang gelombang yang spesifik untuk setiap logam dan mengikuti hukum Lambert-Beer, yang menyatakan bahwa absorbansi berbanding lurus dengan konsentrasi (Sharma, 2013).

### 2.5.2. Instrumentasi

Komponen-komponen Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dapat dilihat pada gambar 1.



(Sumber : Rohman, 2007)

Keterangan gambar :

1. Sumber sinar yang lazim dipakai adalah lampu katoda berongga. Lampu ini terdiri atas tabung kaca tertutup yang mengandung suatu katoda dan anoda.
2. Tempat sampel
  - a. Nyala flame

Nyala digunakan untuk mengubah sampel yang berupa padatan atau cairan menjadi bentuk uap atomnya, dan juga berfungsi untuk atomisasi. Pada cara spektrofotometri emisi atom, nyala ini berfungsi untuk mengeksitasi atom dari tingkat dasar ke tingkat yang lebih tinggi.

b. Tanpa nyala (flameless)

Pengatoman dapat dilakukan dalam tungku dari grafit. Sistem pemanasan dengan tanpa nyala ini dapat melalui 3 tahap, yaitu : pengeringan (*drying*) yang membutuhkan suhu yang relatif rendah, pengabuan (*ashing*) yang membutuhkan suhu yang lebih tinggi karena untuk menghilangkan matriks kimia dengan mekanisme volatilisasi, dan pengatoman (*atomizing*).

3. Monokromator untuk memisahkan dan memilih panjang gelombang yang digunakan dalam analisis.
4. Detektor atau untuk mengukur intensitas cahaya yang melalui tempat pengatoman.
5. Pencatat hasil (*Readout*), merupakan suatu alat penunjuk atau dapat juga diartikan sebagai system pencatatan hasil (Rohman, 2007).

## **2,6 Validasi Metode**

### **2.6.1. Pengertian Validasi Metode**

Validasi metode analisis adalah suatu tindakan penelitian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya (Harmita, 2004).

Validasi metode menurut United State Pharmacopeia (USP) dilakukan untuk menjamin bahwa metode analisis akurat, spesifik, reproduibel, dan tahan pada kisaran analit yang akan dianalisis. Suatu metode analisis harus divalidasi untuk melakukan verifikasi bahwa parameter-parameter kinerjanya cukup mampu untuk mengatasi problem analisis, karenanya suatu metode harus divalidasi ketika:

1. Metode baru dikembangkan untuk mengatasi problem analisis tertentu.
2. Metode yang sudah baku direvisi untuk menyesuaikan perkembangan atau karena munculnya suatu problem yang mengarahkan bahwa metode baru tersebut harus direvisi.
3. Validasi penjaminan mutu yang mengindikasikan bahwa metode baku telah berubah seiring dengan berjalannya waktu.
4. Metode baku digunakan dilaboratorium yang berbeda, atau dikerjakan dengan alat yang berbeda.
5. Untuk mendemonstrasikan kesetaraan antara 2 metode, seperti antara metode baru dan metode baku (Rohman, 2007).

### **2.6.2. Parameter Validasi Metode**

#### **1. Linieritas**

Linieritas merupakan kemampuan suatu metode untuk memperoleh hasil-hasil uji yang secara langsung proporsional dengan konsentrasi analit pada kisaran yang diberikan. Linieritas suatu metode merupakan ukuran seberapa baik kurva kalibrasi yang menghubungkan antara respon (y)

dengan konsentrasi (x). Linieritas dapat diukur dengan melakukan pengukuran tunggal pada konsentrasi yang berbeda-beda. Data yang diperoleh selanjutnya diproses dengan metode kuadrat terkecil, untuk selanjutnya dapat ditentukan nilai kemiringan (*slope*), intersep, dan koefisien korelasinya (Rohman, 2007).

## 2. Kecermatan (*Accuracy*)

Kecermatan adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Kecermatan dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan. Kecermatan hasil analisis sangat tergantung kepada sebaran galat sistematis di dalam keseluruhan tahapan analisis. Oleh karena itu untuk mencapai kecermatan yang tinggi hanya dapat dilakukan dengan cara mengurangi galat sistematis tersebut seperti menggunakan peralatan yang telah dikalibrasi, menggunakan pereaksi dan pelarut yang baik, pengontrolan suhu, dan pelaksanaannya yang cermat, taat asas sesuai prosedur.

## 3. Keseksamaan (*Precision*)

Keseksamaan adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen. Keseksamaan dapat diukur sebagai simpangan baku relative (koefisien variasi). Keseksamaan dapat dinyatakan sebagai keterulangan atau ketertiruan. Kriteria seksama diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif atau koefisien variasi 2% atau kurang (Harmita, 2004).

#### 4. Batas Deteksi dan Batas Kuantifikasi

Batas deteksi (BD) didefinisikan sebagai konsentrasi analit terendah dalam sampel yang masih dapat terdeteksi, meskipun tidak selalu dapat dikuantifikasi. Batas kuantifikasi (BK) didefinisikan sebagai konsentrasi analit terendah dalam sampel yang dapat ditentukan dengan presisi dan akurasi yang dapat diterima pada kondisi operasional metode yang digunakan (Rohman, 2007).

## **BAB III. METODOLOGI PENELITIAN**

### **3.1 Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilakukan dari bulan Januari 2019 hingga Februari 2019 di Balai Laboratorium Kesehatan Padang.

### **3.2 Alat dan Bahan**

#### **3.2.1 Alat**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain : Spektrofotometer Serapan Atom (Varian GBC) lengkap dengan lampu katoda Pb, timbangan digital, labu ukur 500 mL, 250 mL, 50 mL, pipet ukur 5 mL, 10 mL, labu semprot, kaca arloji, corong 25 mL, karet hisap, beaker gelas 100 mL, pipet tetes, *hot plate*, kertas saring *whattman* no. 42 dan tabung reaksi.

#### **3.2.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah sediaan lip cream berwarna merah muda, larutan standar Pb 1000 ppm  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  p.a, aquabidest,  $\text{HNO}_3$  69% p.a, HCl 37% p.a, NaOH p.a,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  encer p.a.

### **3.3 Prosedur dan Cara Kerja**

#### **3.3.1 Pengambilan sampel**

Sampel yang digunakan adalah *lip cream* berwarna merah muda dengan harga dibawah Rp. 50.000 yang dijual di Pasar Raya Kota Padang. Pengambilan sampel dilakukan secara acak. Sampel yang digunakan berjumlah 3 kelompok *lip cream* yang tidak teregistrasi BPOM berdasarkan merek yang berbeda.

### 3.3.2 Pemeriksaan Organoleptis dan Homogenitas Sampel

Pemeriksaan organoleptis dilakukan secara visual dengan tujuan untuk mengamati bentuk, bau dan warna dari sampel *lip cream* dan dilakukan juga pemeriksaan homogenitas sampel dengan cara mengoleskan sediaan sampel dengan jumlah tertentu pada kaca transparan, sampel yang dikatakan homogen jika tidak terdapat gumpalan dan butir-butir kasar.

### 3.3.3 Preparasi Sampel

Preparasi sampel dengan menggunakan metode destruksi basah yaitu dengan sampel ditimbang  $\pm 2,00$  g. Lalu dimasukkan ke dalam beaker gelas 100 mL untuk dilakukan destruksi basah dengan menggunakan campuran asam  $\text{HNO}_3$  69% dan HCl 37% (1 :3). Destruksi dilakukan dengan menambahkan aquadest sebanyak 10 mL,  $\text{HNO}_3$  69 % sebanyak 5 mL dan HCl 37% 15 mL, dimasukkan ke dalam beaker gelas dan sambil dipanaskan dengan menggunakan *hot plate* pada suhu  $80^\circ\text{C}$  sampai mendidih. Proses ini dilakukan sampai hilangnya asap berwarna coklat. Proses destruksi dihentikan sampai larutan jernih, yang menandakan bahwa proses destruksi telah sempurna. Setelah proses destruksi selesai, larutan didiamkan sampai dingin, lalu disaring dengan menggunakan kertas saring *whattman* no. 42 dan dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL. Tambahkan aquabidest sampai tanda batas labu ukur. Kemudian larutan dihomogenkan.

### 3.3.4 Pemeriksaan kualitatif (Vogel, 1990)

1. Sebanyak 1 mL sampel hasil dekstruksi dimasukkan kedalam tabung reaksi, ditambahkan larutan NaOH, terbentuk endapan putih  $\text{Pb}(\text{OH})_2$  yang larut dalam regensia berlebih

2. Sebanyak 1 mL sampel hasil destruksi dimasukkan kedalam tabung reaksi, ditambahkan larutan HCl encer, terbentuk endapan putih dan larut dalam air panas dan mengendap kembali membentuk kristal jarum bila didinginkan
3. Sebanyak 1 mL sampel hasil destruksi dimasukkan kedalam tabung reaksi, ditambahkan larutan asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) terbentuk endapan putih dan tidak larut dalam regensia berlebih

### **3.3.5 Pembuatan Larutan Standar Timbal**

Dari larutan induk 1000 ppm  $Pb(NO_3)_2$  dilakukan pengenceran menjadi :

1. Larutan Pb 100 ppm

Larutan standar Pb 1000 ppm dipipet sebanyak 10 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan aquadest sampai tanda batas.

2. Larutan seri standar 1 ppm; 2 ppm; 4 ppm; 8 ppm ; 12 ppm

Larutan standar 100 ppm dipipet sebanyak 1; 2; 4; 8; 12 mL, dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL kemudian diencerkan dengan aquadest sampai tanda batas, dihomogenkan sehingga diperoleh larutan seri standar 1 ppm; 2 ppm; 4 ppm; 8 ppm ; 12 ppm

### **3.3.6 Pengukuran Serapan Larutan Standar Timbal**

Larutan seri standar timbal diukur dengan Spektrofotometer Serapan Atom pada panjang gelombang 217 nm. Pengukuran dimulai dari konsentrasi rendah sampai dengan konsentrasi yang tertinggi (1 ppm; 2 ppm; 4 ppm; 8 ppm ; 12 ppm). Kemudian dibuat kurva kalibrasi hubungan antara konsentrasi dengan absorban.

### 3.3.7 Pengukuran Kadar Logam dalam Sampel

Larutan hasil destruksi sampel dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL kemudian ditambahkan aquabidest sampai tanda batas. Larutan ini diukur serapannya pada panjang gelombang 217 nm. Setiap pergantian sampel, pipa kapiler dipindahkan ke sampel berikutnya. Konsentrasi yang diperoleh pada pengukuran ini digunakan untuk menentukan kadar Pb dalam sampel.

### 3.3.8 Penentuan Kadar Pb dalam Sampel

Konsentrasi Pb yang terdapat dalam sampel dihitung dengan mensubstitusi nilai absorban yang didapat ( $y$ ) ke persamaan regresi linear yang diperoleh dari kurva kalibrasi. Kadar Pb dalam sampel dapat dihitung dari konsentrasi yang ditentukan dengan persamaan linear dari kurva kalibrasi dan volume serta bobot sampel yang digunakan.

$$\text{Kadar } (\mu\text{g/g}) = \frac{C \times V \times Fp}{Bs}$$

Keterangan :

C = Konsentrasi larutan sampel ( $\mu\text{g/ml}$ )

V = Volume larutan sampel (ml)

Fp = Faktor pengenceran

Bs = Berat sampel (g)

### 3.3.9 Penentuan Batas deteksi dan batas kuantifikasi

Dari kurva kalibrasi batas deteksi dan batas kuantifikasi dapat dihitung dengan rumus :

- $Y = a + bx$
- Simpangan baku =  $\frac{\sqrt{\sum (xi-X)^2}}{n-2}$

- $LOD = 3 \times \frac{sb}{b}$
- $LOQ = 10 \times \frac{sb}{b}$

### 3.3.10 Presisi

Uji presisi dilakukan pada tingkat keterulangan dengan cara mengukur kadar larutan baku timbal dengan konsentrasi 1 ppm; 4 ppm; 12 ppm pada 3 waktu yang berbeda dalam satu hari (intraday) dengan pengulangan masing-masing 3 kali serta pengukuran larutan baku timbal dengan konsentrasi yang sama pada 3 hari berturut-turut (interday) dengan pengulangan masing-masing 3 kali.

$$\text{Koefisien Variasi (CV)} = \frac{sb}{x} \times 100\%$$

### 3.3.11 Akurasi

Akurasi dinyatakan dengan penilaian % perolehan kembali (*Recovery*). Akurasi ditentukan dengan memasukkan larutan sampel kedalam tiga labu ukur 10 mL kemudian untuk penambahan standar 40%, 80%, dan 120% masing-masing ditambahkan dengan cara memipet 1,2 mL; 2,5 mL; 3,7 mL larutan induk 10 ppm kedalam masing-masing 3 buah labu ukur 10 mL kemudian larutan sampel ditambahkan sampai tanda batas. Larutan dianalisis dengan Spektrofotometer Serapan Atom. Absorban diukur sebanyak 3 kali pengulangan untuk setiap larutan. Hasil dinyatakan dalam % perolehan kembali (% *Recovery*).

$$\% R = \frac{CF-CS}{CA} \times 100\%$$

Keterangan :

CF = Konsentrasi total sampel yang diperoleh dari pengukuran ( $\mu\text{g/mL}$ )

CS = Konsentrasi sampel sebenarnya ( $\mu\text{g/mL}$ )

CA = Konsentrasi analit yang ditambahkan ( $\mu\text{g/mL}$ )

## BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Hasil

Setelah dilakukan penelitian tentang penetapan kadar Pb dalam sediaan *lip cream* yang beredar di Pasar Raya Kota Padang, maka diperoleh hasil sebagai berikut :

1. Hasil penelitian organoleptis yang telah dilakukan pada semua sampel sediaan *lip cream* adalah berbentuk krim, warna merah muda dan homogen, dimana sampel DS memiliki bau khas aromatik, sampel KB memiliki bau yang menusuk kuat dan sampel HB memiliki bau khas yang menusuk.
2. Hasil identifikasi/analisis kualitatif logam timbal dalam sampel yang direaksikan dengan larutan NaOH, larutan HCl encer, asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) memberikan hasil yang negatif (Lampiran 4, Tabel 4)
3. Hasil dari pengukuran larutan seri standar timbal 1 ppm; 2 ppm; 4 ppm; 8 ppm ; 12 ppm pada  $\lambda = 217$  nm didapatkan persamaan regresi linear  $y = -0,0005 + 0,0053x$  dan nilai koefisien korelasi ( $r$ ) = 0,9999 (Lampiran 8, Tabel 5)
4. Hasil perhitungan kadar timbal pada sampel *lip cream* dengan Spektrofotometer Serapan Atom pada  $\lambda = 217$  nm (Lampiran 10, Tabel 7):
  - a. Kadar timbal pada *lip cream* DS adalah 13,9801  $\mu g/g$  dengan nilai SD yaitu 0,7197

- b. Kadar timbal pada *lip cream* HB adalah 42,8855  $\mu\text{g/g}$  dengan nilai SD yaitu 0,8162
- c. Kadar timbal pada *lip cream* KB adalah 77,5368  $\mu\text{g/g}$  dengan nilai SD yaitu 0,5446

5. Hasil validasi metode analisis :

- a. Simpangan baku (Sb) yang diperoleh adalah 0,0002, Batas Deteksi (BD) adalah 0,1132  $\mu\text{g/ml}$ , Batas Kuantifikasi (BK) adalah 0,3773  $\mu\text{g/ml}$  (Lampiran 9, Tabel 6)
- b. Hasil perhitungan presisi interday dan intraday yaitu SD dan KV pada hari pertama standar 1 ppm sebesar 0,00007 dan 1,8%, standar 4 ppm adalah 0,00021 dan 1,05% dan standar 12 ppm sebesar 0,00080 dan 1,3%. Pada hari kedua standar 1 ppm sebesar 0,0001 dan 1,8%, standar 4 ppm adalah 0,0003 dan 1,4% dan standar 12 ppm sebesar 0,00031 dan 0,5%. Pada hari ketiga standar 1 ppm sebesar 0,0001 dan 1,6%, standar 4 ppm adalah 0,00021 dan 0,9% dan standar 12 ppm sebesar 0,00065 dan 1,1% (Lampiran 11, Tabel 8 dan Tabel 9)
- c. Hasil perhitungan akurasi sampel *lip cream* merek KB diperoleh % recovery yaitu 100,75% - 115,15% (Lampiran 12, Tabel 10)

## 4.2 Pembahasan

Penelitian ini dilakukan untuk menentukan kandungan logam berat timbal yang terdapat dalam sediaan *lip cream* yang beredar di Pasar Raya Kota Padang dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom. Timbal mulai dimanfaatkan dalam bidang kosmetik sebagai salah satu zat pembuatan sediaan kosmetik terutama pada lipstik karena logam tersebut dapat memberikan warna yang

mengkilat dan cerah pada lipstik (Effendi *et al.*, 2014). Timbal juga dapat ditemukan sebagai pengotor atau cecairan dari pigmen atau bahan baku yang digunakan. Adanya logam berat timbal dengan kadar yang tinggi dalam kosmetik dapat mengakibatkan gangguan kesehatan bagi pemakainya. Menurut Widowati *et al.*, (2008), mekanisme timbal berdasarkan organ yang terkena jika dalam dosis tinggi dapat menyerang sistem hemopoietik, sistem saraf, sistem saluran kemih, sistem gastrointestinal, sistem kardiovaskular, sistem reproduksi, sistem endokrin, dan bersifat karsinogenik.

Pengambilan sampel *lip cream* pada penelitian ini yaitu *lip cream* yang beredar di Pasar Raya Kota Padang dengan memilih sampel yang tidak teregistrasi BPOM dengan warna merah muda dan harga dibawah Rp. 50.000. Pemilihan warna sampel berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Ziaratti *et al.*, (2012) bahwa diantara warna lipstik yang sering digunakan, kadar timbal tertinggi ditemukan pada lipstik berwarna merah muda yaitu sebesar  $\pm 40 \mu\text{g/g}$ . Pada sampel dengan berbagai merek, dilakukan uji organoleptis dan homogenitas yaitu berbentuk krim, warna merah muda dan homogen, dimana sampel DS memiliki bau khas aromatik, sampel KB memiliki bau khas yang menusuk kuat dan sampel HB memiliki bau khas yang menusuk. Sampel yang akan dianalisis didestruksi dengan menggunakan metode destruksi basah. 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 unsur yang terkandung didalamnya dapat dianalisis. Dalam penelitian ini dilakukan destruksi basah dengan penambahan larutan asam kuat pada suhu rendah dengan maksud mengurangi kehilangan

mineral akibat penguapan. Larutan asam kuat yang digunakan adalah asam kuat HCl 37% dan HNO<sub>3</sub> 69% dengan perbandingan 3:1. Penambahan HNO<sub>3</sub> 69% berfungsi untuk memutus ikatan senyawa kompleks organologam, sehingga memecah sampel menjadi senyawa yang mudah terurai, sedangkan HCl 37% berfungsi sebagai katalis untuk mempercepat proses terputusnya logam timbal (Pb) dengan senyawa organik yang berada didalam sampel. Destruksi sampel ini dilakukan diatas *hot plate* pada suhu 80°C selama lebih kurang 4 jam hingga asap coklat menghilang dan larutan berubah menjadi bening. Pada proses destruksi, muncul gelembung-gelembung gas berwarna coklat tipis, gas ini adalah NO<sub>2</sub> (hasil samping proses destruksi menggunakan asam nitrat). Adanya gas ini mengindikasikan bahwa bahan organik telah dioksidasi secara sempurna oleh asam nitrat (Wulandari, 2013).

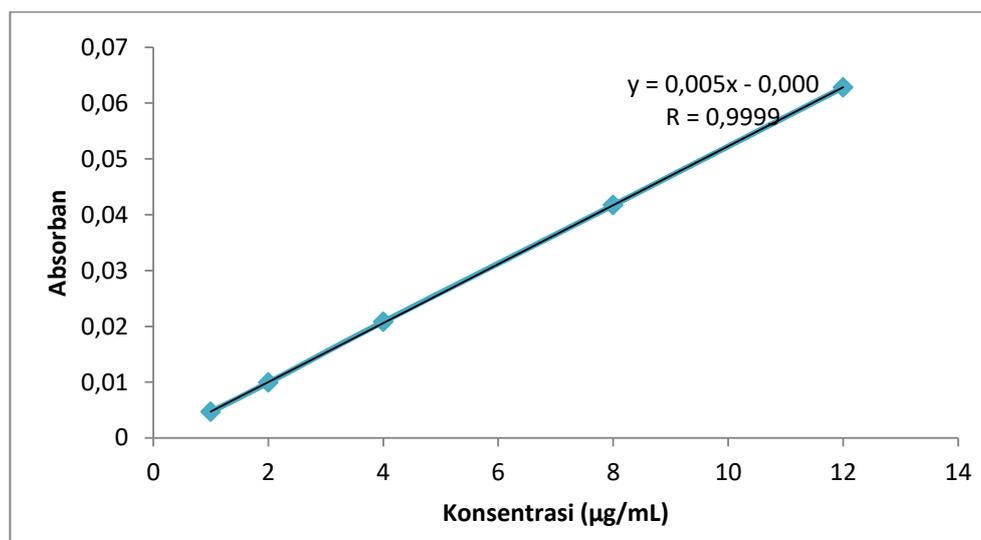
Larutan hasil destruksi dianalisis secara kualitatif dan kuantitatif. Analisis kualitatif dilakukan dengan mereaksikan beberapa reagen yaitu larutan NaOH, larutan HCl encer, dan larutan asam sulfat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) kedalam larutan sampel. Hasil uji kualitatif dari larutan sampel dengan berbagai merek menunjukkan hasil negatif, hal ini dapat terjadi karena kecilnya konsentrasi logam timbal yang terkandung dalam sampel. Sedangkan analisis kuantitatif dilakukan dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom dengan lampu katoda timbal pada panjang gelombang 217 nm. Spektrofotometri Serapan Atom digunakan untuk analisis kuantitatif unsur-unsur logam dengan jumlah sekelumit, karena mempunyai kepekaan yang tinggi (batas deteksi kurang dari 1 ppm), pelaksanaannya relatif sederhana dan interferensinya sedikit. Metode Spektrofotometri Serapan Atom mendasarkan pada prinsip absorpsi cahaya oleh

atom dalam keadaan bebas. Atom-atom akan menyerap cahaya pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat unsurnya. Pada logam timbal menyerap cahaya pada panjang gelombang 217 nm (Rohman, 2007).

**Tabel 3. Hasil Pengukuran Absorban Larutan Standar Timbal (II) Nitrat pada  $\lambda = 217 \text{ nm}$**

No	Konsentrasi ( $\mu\text{g/mL}$ )	Absorban
1	1	0,0047
2	2	0,0099
3	4	0,0208
4	8	0,0417
5	12	0,0628

Berdasarkan hasil pengukuran larutan seri standar timbal diperoleh persamaan regresi linear dengan membuat kurva kalibrasi dari hubungan antara konsentrasi dengan absorban yaitu  $y = -0,0005 + 0,0053x$  dengan nilai koefisien korelasi ( $r$ ) = 0,9999. Nilai koefisien korelasi ( $r$ ) yang mendekati 1 menunjukkan linearitas yang baik, hal ini menunjukkan bahwa kurva kalibrasi tersebut memenuhi persyaratan linearitas.



**Gambar 2. Kurva Kalibrasi Larutan Standar Timbal (II) Nitrat**

Linearitas merupakan kemampuan suatu metode untuk memperoleh hasil-hasil uji yang secara langsung proporsional dengan konsentrasi analit pada kisaran yang diberikan. Linearitas dilakukan untuk melihat ukuran seberapa baik kurva kalibrasi yang diperoleh (Rohman, 2007). Persamaan regresi linear ini digunakan dalam perhitungan kadar timbal pada semua sampel.

Pengukuran kadar sampel dilakukan dengan mengukur larutan sampel dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom dan diperoleh kadar logam yang berbeda-beda. Berdasarkan hasil pengukuran kadar logam berat timbal dalam sampel diperoleh kadar sebesar 13,9801  $\mu\text{g/g}$ ; 42,8855  $\mu\text{g/g}$ ; dan 77,5368  $\mu\text{g/g}$  dengan kode sampel berturut-turut DS, HB, dan KB, dimana hasil ini menunjukkan bahwa dari ketiga sampel terdapat 2 sampel *lip cream* yang memiliki kandungan timbal melebihi batas sehingga tidak memenuhi persyaratan cemaran logam berat timbal (Pb) dalam kosmetik menurut BPOM RI nomor HK.03.1.23.07.11.6662 yaitu tidak lebih dari 20 ppm.

Dari data absorban larutan seri standar timbal dapat diperoleh nilai BD dan BK. Batas Deteksi (BD) dan Batas Kuantifikasi (BK) dihitung secara statistik melalui garis regresi linear dari kurva kalibrasi. Dari hasil perhitungan diperoleh batas deteksi timbal pada konsentrasi 0,1132  $\mu\text{g/ml}$  sedangkan batas kuantifikasi pada konsentrasi 0,3773  $\mu\text{g/ml}$ . Batas Deteksi (BD) menyatakan konsentrasi analit terendah dalam sampel yang masih dapat terdeteksi. Batas Kuantifikasi (BK) menyatakan konsentrasi analit terendah dalam sampel yang dapat ditentukan secara kuantitatif pada tingkat ketelitian dan ketepatan yang baik (Rohman, 2007).

Penentuan presisi dapat ditentukan dengan mengukur presisi larutan standar Pb pada alat Spektrofotometer Serapan Atom yaitu pada konsentrasi 1 ppm,

standar 4 ppm dan standar 12 ppm. Presisi dilakukan secara interday dan intraday, pada konsentrasi 1 ppm pada hari pertama didapatkan nilai KV sebesar 1,8%, pada hari kedua nilai KV sebesar 1,8%, dan pada hari ketiga nilai KV sebesar 1,6%. Pada konsentrasi 4 ppm pada hari pertama didapatkan nilai KV sebesar 1,05%, pada hari kedua nilai KV sebesar 1,4%, dan pada hari ketiga nilai KV sebesar 0,9%. Pada konsentrasi 12 ppm pada hari pertama didapatkan nilai KV sebesar 1,3%, pada hari kedua nilai KV sebesar 0,5%, dan pada hari ketiga nilai KV sebesar 1,1%., dimana hasil ini memenuhi kriteria uji presisi yang dipersyaratkan yaitu  $\leq 2\%$  (Harmita, 2004).

Akurasi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Uji akurasi pada penelitian ini dilakukan dengan menambahkan larutan baku 10 ppm ke dalam larutan sampel dengan berbagai konsentrasi yaitu 40%, 80%, dan 120%. Parameter akurasi dapat dilihat dari nilai % perolehan kembali, yaitu diperoleh 100,75% - 115,15%. Hal ini menunjukkan bahwa metode yang dilakukan memiliki kecermatan yang baik karena hasil yang diperoleh memenuhi syarat dimana persyaratan untuk % perolehan kembali adalah 80%-120% (Rohman, 2007).

## **BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN**

### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan dari hasil penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa semua sampel *lip cream* merah muda yang beredar di Pasar Raya Kota Padang mengandung logam berat timbal (Pb) yaitu sampel DS sebesar 13,9801  $\mu\text{g/g}$ , sampel HB sebesar 42,8855  $\mu\text{g/g}$ , dan sampel KB sebesar 77,5368  $\mu\text{g/g}$ , dimana dari ketiga sampel tersebut, terdapat 2 sampel yang tidak aman untuk digunakan yaitu sampel HB dan KB karena kadar tersebut melebihi nilai yang ditetapkan oleh BPOM RI nomor HK.03.1.23.07.11.6662 yaitu 20 ppm.

### **5.2 Saran**

Disarankan kepada peneliti selanjutnya untuk dapat menentukan kandungan logam berat lainnya pada sediaan *lip cream* yang berwarna merah muda maupun warna lainnya.

## DAFTAR PUSTAKA

- Agustina, Titin., 2014. Kontaminasi Logam Berat Pada Makanan Dan Dampaknya Pada Kesehatan. *Teknobuga*, 2 (1):53-65.
- Ardillah, Yustini., 2016. Faktor Risiko Kandungan Timbal Di Dalam Darah. *Jurnal Ilmu Kesehatan Masyarakat*, 7 (3):150-155.
- Ardyanto, Denny., 2005. Deteksi Pencemaran Timah Hitam (Pb) dalam Darah Masyarakat yang Terpajan Timbal (Plumbum). *Jurnal Kesehatan Lingkungan*, 2 (1):67-76.
- Ariyani, Latifa Dwi., dan Adi Yugatama., 2017. Analisis Kandungan Timbal (Pb) pada Lipstik yang Beredar di Kota Surakarta. *Prosiding 2<sup>nd</sup> Annual Pharmacy Conference*, 87-91.
- Asyifaa, Dinar Assy., Amila Gadri., dan Esti Rachmawati Sadiyah., 2017. Formulasi Lip Cream Dengan Pewarna Alami Dari Bunga Rosella (*Hibiscus sabdariffa* L.) Serta Uji Stabilitasnya. *Prosiding Farmasi*, 3 (2):518-525.
- BPOM RI, 2003, *Keputusan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor HK.00.05.4.1745 Tentang Kosmetik*, BPOM RI, Jakarta.
- BPOM RI, 2013, *Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat Dan Makanan Republik Indonesia Nomor 34 Tahun 2013 Tentang Perubahan Atas Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat Dan Makanan Nomor Hk.03.1.23.12.10.11983 Tahun 2010 Tentang Kriteria Dan Tata Cara Pengajuan Notifikasi Kosmetika*, BPOM RI, Jakarta.
- BPOM RI, 2014, *Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor 17 Tahun 2014 tentang Perubahan atas Peraturan 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*, BPOM RI, Jakarta.
- Butler, Hilda., 2000. *Poucher's Perfumes Cosmetics And Soaps*, 10<sup>th</sup> Ed., Kluwer Academic Publishers, London.
- Effendi, Nurmaya., Mamat Pratama., dan Husna Kamaruddin., 2014. Analisis Kandungan Logam Berat Merkuri (Hg) Dan Timbal (Pb) Pada Kosmetik Lipstik Yang Beredar Di Kota Makassar Dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom. *As-Syifaa*, 06 (01):82-90.

- Erasiska., Subardi Bali., dan T. Abu Hanifah., 2015. Analisis Kandungan Logam Timbal, Kadmium Dan Merkuri Dalam Produk Krim Pemutih Wajah. *JOM FMIPA*, 2 (1):123-129.
- Gusnita, Dessy., 2012. Pencemaran Logam Berat Timbal (Pb) Di Udara Dan Upaya Penghapusan Bensin Bertimbal. *Berita Dirgantara*, 13 (3):95-10.
- Harmita, 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode Dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*, 1 (3):117 – 135.
- Hepp, NancyM., William R. Mindak., and John Cheng., 2009. Determination Of Total Lead In Lipstick: Development And Validation Of A Microwave-Assisted Digestion, Inductively Coupled Plasma–Mass Spectrometric Method. *Journal of Cosmetic Science*, 60:405–414.
- Jaya, Farida., Any Guntarti., dan Zainul Kamal., 2013. Penetapan Kadar Pb Pada Shampoo Berbagai Merk Dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom. *Pharmaciana*, 3 (2):9-13.
- Khalid, A., Bukhari, T.H., Riaz, M., Rehaman, G., Ain, Q.U., Rasool, N., Zubair, M., and Munir, S., 2013. Determination Of Lead, Cadmium, Chromium, And Nickel Indifferent Brands Of Lipsticks. *IJBPAS*, 2 (5):1003-1009.
- Kristianingrum, 2012, Kajian Berbagai Proses Destruksi Sampel Dan Efeknya, *Prosiding Seminar Nasional Penelitian UNY*, 195-201.
- Naria, E., 2005. Mewaspada Dampak Pencemar Timbal (Pb) Di Lingkungan Terhadap Kesehatan. *Jurnal Komunikasi Penelitian*, 17(4):69-70.
- Notodarmojo, Suprihanto., 2005. *Pencemaran Tanah dan Air Tanah*, Penerbit ITB. Bandung.
- Nourmoradi, H., Foroghi, M., Farhadkhani, M., and Dastjerdi, M.V., 2013. Assesment of Lead and Cadmium Levels in Frequently Used Cosmetics Commonly Used in Iran. *Journal of Environmental and Public Health*, 2013:1-5.
- Nuriadi, 2013. Analisis Logam Tembaga (Cu) Pada Buangan Limbah Tromol (Tailing) Pertambangan Poboya. *J. Akad. Kim*, 2(2):90-96.
- Nursidika, Perdina., Ganthina Sugihartina., dan Rismalasari., 2018. Kadar Logam Timbal (Pb) Dalam Lipstik Yang Diperjualbelikan Di Pasar Minggu Kota Cimahi. *EduChemia*, 3(2):243-253.

- Palar, H., 1994. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*, Rineka Cipta, Jakarta.
- Rohman, A. 2007, *Kimia Farmasi Analisis*, Pustaka Pelajar, Jakarta.
- Rowe, R.C., Shaskey, P.J., and Quinn, M.E., 2009. *Handbook of Pharmaceutical Excipients, 6<sup>th</sup> Edition*, Pharmaceutical Press, Amerika Serikat.
- Sharma, Bhavtosh., and Shweta Tyagi., 2013. Simplification Of Metal Ion Analysis In Fresh Water Samples By Atomic Absorption Spectroscopy For Laboratory Students. *Journal of Laboratory Chemical Education*, 1(3): 54-58.
- Tranggono, R.I., dan Latifah, F., 2007. *Buku Pegangan Ilmu Pengetahuan Kosmetik*, Gramedia Pustaka Utama, Jakarta.
- Vogel, 1990, *Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*, Ed. V, Kalman Media Pustaka, Jakarta.
- Vogel, 1994, *Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*, Penerbit Buku Kedokteran EGC, Jakarta
- Wasitaatmadja, S. M., 1997. *Penuntun Ilmu Kosmetik Medik*, Universitas Indonesia Press, Jakarta.
- Widowati, W., Astiana S, dan Raymond J. R., 2008. *Efek Toksik Logam : Pencegahan dan Penanggulangan Pencemaran*. Andi Offset, Yogyakarta.
- Wilkinson, J. B., and R. J. Moore., 1982. *Harry's Cosmeticology*, George Godwin Inc, London.
- Wulandari, Eka Amelia., dan Sukei., 2013. Preparasi Penentuan Kadar Logam Pb, Cd Dan Cu Dalam Nugget Ayam Rumput Laut Merah (*Eucheuma cottonii*). *Jurnal Sains dan Seni Pomits*, 2(2):15-17.
- Yudo, Satmoko., 2006. Kondisi Pencemaran Logam Berat Di Perairan Sungai DKI Jakarta. *JAI*, 2(1):2-15.
- Ziaratti and Parisa I, 2012. Risk Assesment of Heavy Metal Content (Lead and Cadmium) in Lipsticks in Iran. *IJCEA*, 3(6):450-452.

**Lampiran 1. Sampel *Lip Cream***



**Gambar 3. *Lip Cream* Merek KB**

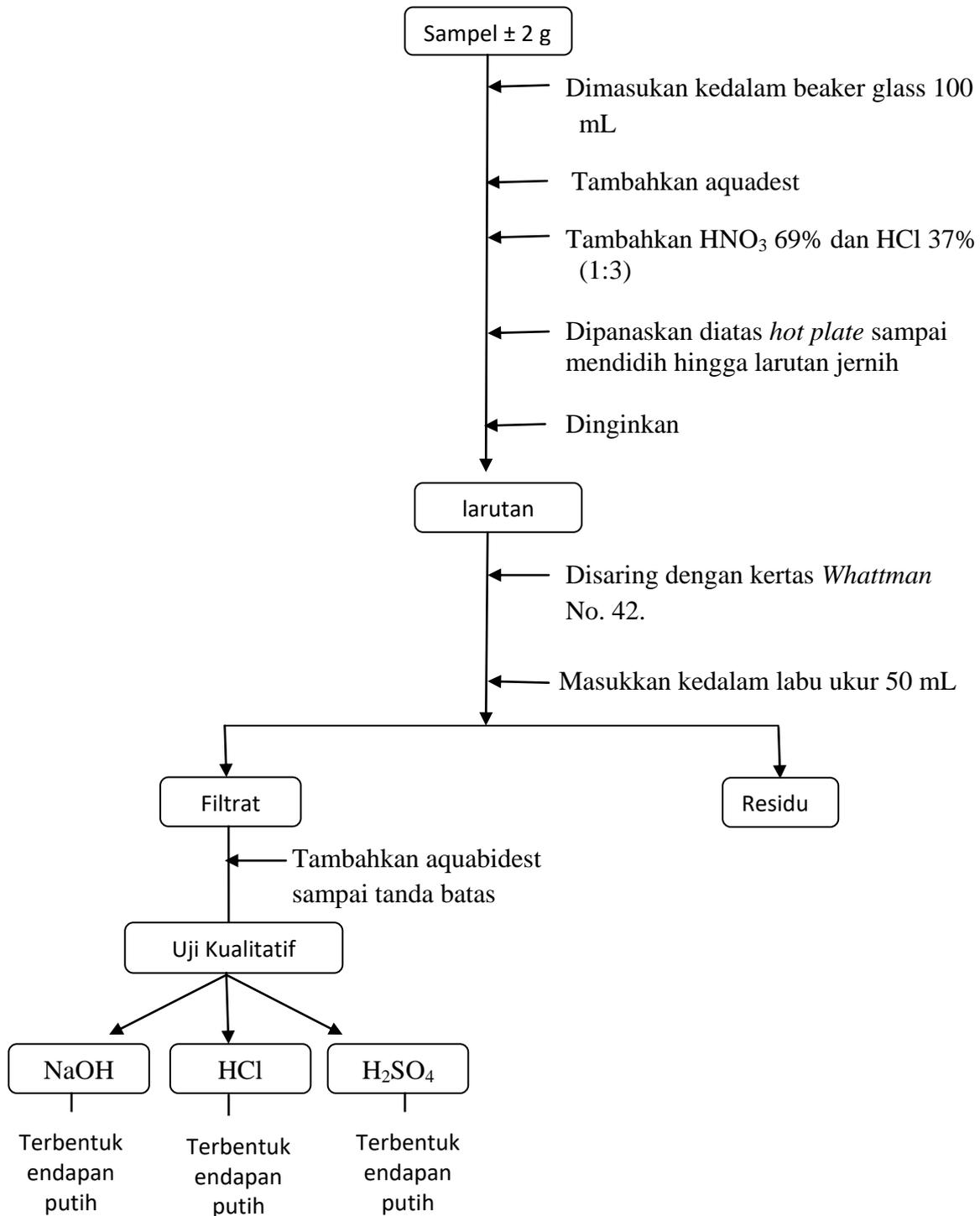


**Gambar 4. *Lip Cream* Merek DS**



**Gambar 5. *Lip Cream* Merek HB**

**Lampiran 2. Skema Kerja Destruksi Sampel dan Identifikasi Pb dalam Sampel**



**Gambar 6. Skema Kerja Destruksi Sampel dan Identifikasi Pb dalam Sampel**

### Lampiran 3. Proses Destruksi Sampel



**Gambar 7. Proses Dekstruksi Sampel**



**Gambar 8. Hasil Sampel Setelah Destruksi**

#### Lampiran 4. Analisa Uji Kualitatif Sampel

**Tabel 4. Hasil Analisa Kualitatif Sampel terhadap Logam Timbal**

Sampel	Reagen	Reaksi	Hasil Pengamatan	Keterangan
DS	NaOH	$\text{Pb}^{2+} + 2\text{OH}^- \rightarrow \text{Pb}(\text{OH})_2 \downarrow$	(-)	Tidak terbentuk endapan putih
	HCl	$\text{Pb}^{2+} + 2\text{Cl}^- \rightarrow \text{PbCl}_2 \downarrow$	(-)	Tidak terbentuk endapan putih
	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	$\text{Pb}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} \rightarrow \text{PbSO}_4 \downarrow$	(-)	Tidak terbentuk endapan putih
KB	NaOH	$\text{Pb}^{2+} + 2\text{OH}^- \rightarrow \text{Pb}(\text{OH})_2 \downarrow$	(-)	Tidak terbentuk endapan putih
	HCl	$\text{Pb}^{2+} + 2\text{Cl}^- \rightarrow \text{PbCl}_2 \downarrow$	(-)	Tidak terbentuk endapan putih
	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	$\text{Pb}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} \rightarrow \text{PbSO}_4 \downarrow$	(-)	Tidak terbentuk endapan putih
HB	NaOH	$\text{Pb}^{2+} + 2\text{OH}^- \rightarrow \text{Pb}(\text{OH})_2 \downarrow$	(-)	Tidak terbentuk endapan putih
	HCl	$\text{Pb}^{2+} + 2\text{Cl}^- \rightarrow \text{PbCl}_2 \downarrow$	(-)	Tidak terbentuk endapan putih
	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	$\text{Pb}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} \rightarrow \text{PbSO}_4 \downarrow$	(-)	Tidak terbentuk endapan putih

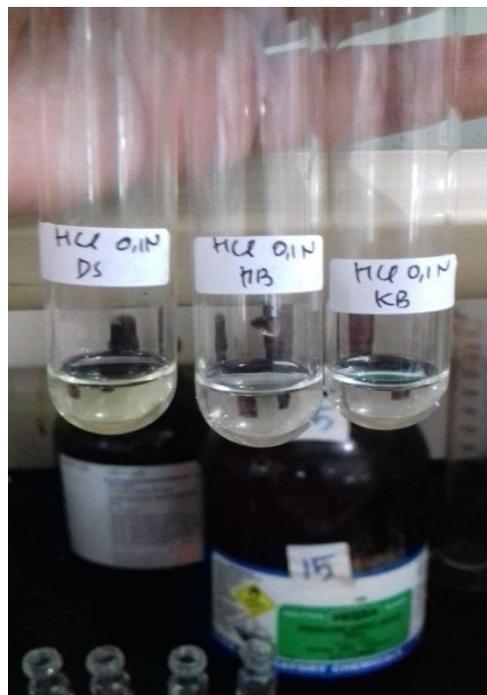
**Lampiran 5. Gambar Analisa Kualitatif**



**Gambar 9. *Lip Cream* + H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>**

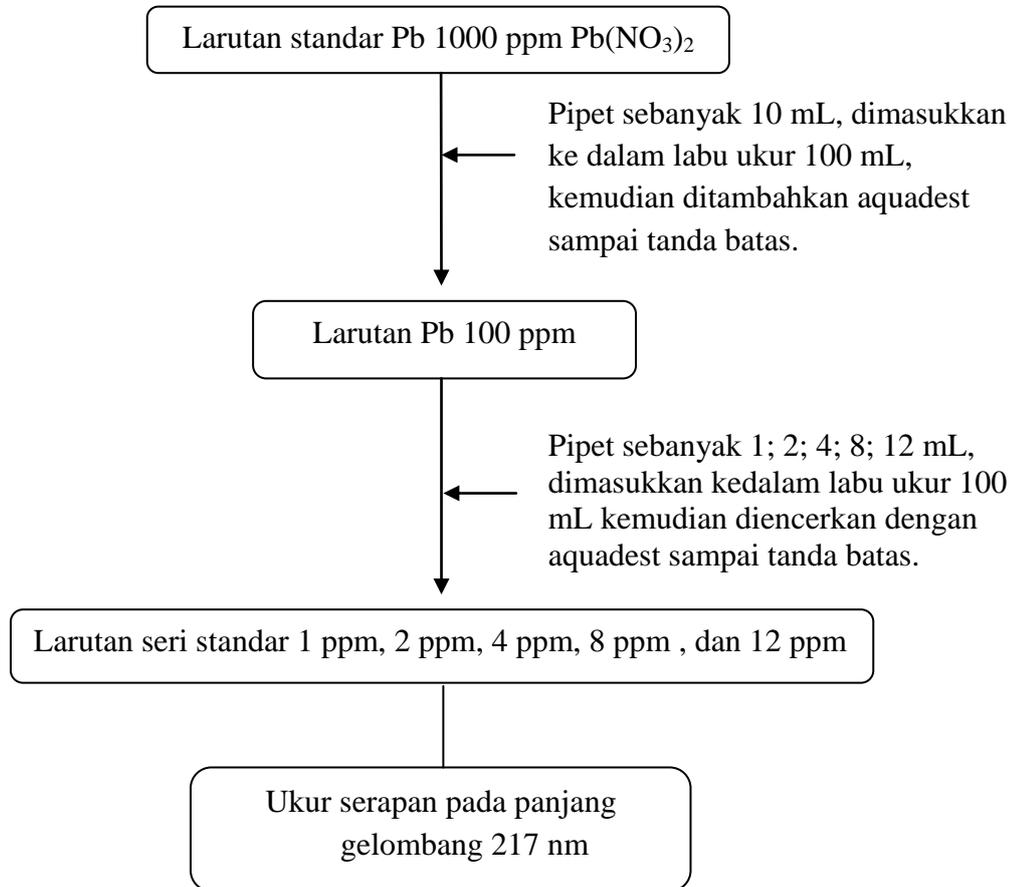


**Gambar 10. *Lip Cream* + NaOH**



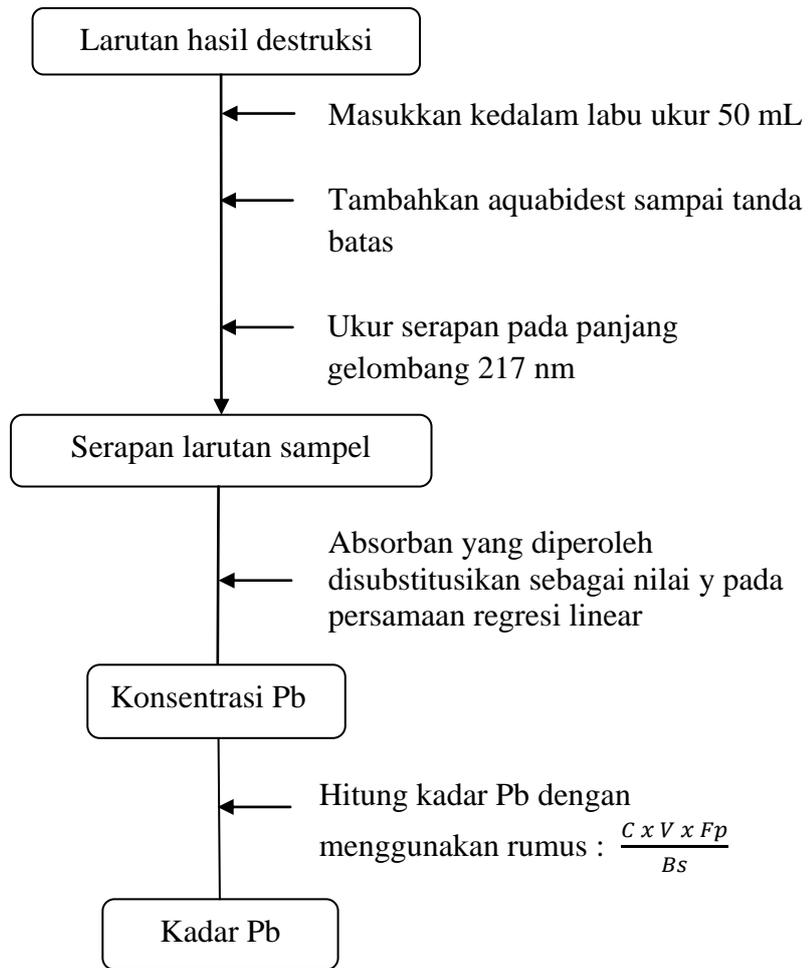
**Gambar 11. *Lip Cream* + HCl**

**Lampiran 6. Skema Pengukuran Larutan Standar Pb dengan Spektrofotometer Serapan Atom Menggunakan Lampu Katoda Pb**



**Gambar 12. Skema Pengukuran Larutan Standar Pb dengan Spektrofotometer Serapan Atom Menggunakan Lampu Katoda Pb**

### Lampiran 7. Skema Penentuan kadar Pb dalam Sampel



Gambar 13. Skema Penentuan kadar Pb dalam Sampel

**Lampiran 8. Persamaan Regresi Linear dari Kurva Kalibrasi Larutan Standar Timbal (II) Nitrat**

**Tabel 5. Hasil Perhitungan Persamaan Regresi Linier dari Kurva Kalibrasi Larutan Standar Timbal (II) Nitrat**

No	x	y	x <sup>2</sup>	y <sup>2</sup>	xy
1	1	0,0047	1	0,00002209	0,0047
2	2	0,0099	4	0,00009801	0,0198
3	4	0,0208	16	0,00043264	0,0832
4	8	0,0417	64	0,00173889	0,3336
5	12	0,0628	144	0,00394384	0,7536
Σ	27	0,1399	229	0,00623547	1,1949

Keterangan :

Persamaan Regresi :  $Y = a + bx$

x = Konsentrasi timbal (II) nitrat (µg/mL)

y = Serapan pada  $\lambda = 217$  nm

- Koefisien Korelasi (r)

$$\begin{aligned}
 r &= \frac{n \sum xy - \sum x \sum y}{\sqrt{\{(n \sum x^2) - (\sum x)^2\} \{n \sum y^2 - (\sum y)^2\}}} \\
 &= \frac{5 (1,1949) - 27(0,1399)}{\sqrt{\{(5 \cdot 229) - (27)^2\} \{5 \cdot 0,00623547 - (0,1399)^2\}}} \\
 &= \frac{2,1972}{\sqrt{416,01160534}} \\
 &= \frac{2,1972}{\sqrt{4,82782144}} \\
 &= \frac{2,1972}{2,197230402} \\
 &= 0,9999
 \end{aligned}$$

- Koefisien Regresi

$$\begin{aligned}
 b &= \frac{n \sum xy - \sum x \sum y}{n \sum x^2 - (\sum x)^2} \\
 &= \frac{5(1,1949) - 27(0,1399)}{(5 \cdot 229) - (27)^2} \\
 &= \frac{2,1972}{416} \\
 &= 0,0053
 \end{aligned}$$

- $\alpha = \frac{\sum y - b \sum x}{n}$

$$\begin{aligned}
 &= \frac{0,1399 - (0,0052817 \cdot 27)}{5} \\
 &= \frac{-0,00270673}{5} \\
 &= -0,0005
 \end{aligned}$$

**Lampiran 9. Perhitungan Batas Deteksi dan Batas Kuantifikasi Timbal (II)  
Nitrat**

**Tabel 6. Perhitungan Batas Deteksi dan Batas Kuantifikasi Timbal (II)  
Nitrat**

No	xi	yi	ŷi	yi - ŷi	(yi - ŷi) <sup>2</sup>
1	1	0,0047	0,0048	-0,0001	0,00000001
2	2	0,0099	0,0101	-0,0002	0,00000004
3	4	0,0208	0,0207	0,0001	0,00000001
4	8	0,0417	0,0419	-0,0002	0,00000004
5	12	0,0628	0,0631	-0,0003	0,00000009
					Σ = 0,00000019

Keterangan :

xi = Konsentrasi timbal (II) nitrat (µg/mL)

yi = Serapan pada λ = 217 nm

ŷi = Serapan yang ditentukan oleh persamaan regresi linear

Persamaan Regresi : y = a + bx

$$y = -0,0005 + 0,0053x$$

- $$\begin{aligned} \text{Simpangan baku (Sb)} &= \sqrt{\frac{\sum(y_i - \hat{y}_i)^2}{n-2}} \\ &= \sqrt{\frac{0,00000019}{5-2}} \\ &= \sqrt{\frac{0,00000019}{3}} \\ &= \sqrt{0,000000063} \\ &= 0,0002 \end{aligned}$$

- Batas Deteksi (BD) =  $\frac{3 Sb}{b}$ 

$$= \frac{3 \cdot 0,0002}{0,0053}$$

$$= \frac{0,0006}{0,0053}$$

$$= 0,1132 \mu\text{g/mL}$$

- Batas Kuantifikasi (BK) =  $\frac{10 Sb}{b}$ 

$$= \frac{10 \cdot 0,0002}{0,0053}$$

$$= \frac{0,002}{0,0053}$$

$$= 0,3773 \mu\text{g/mL}$$

**Lampiran 10. Penentuan Kadar Timbal pada Sediaan *Lip Cream* dengan Spektrofotometer Serapan Atom  $\lambda = 217 \text{ nm}$**

**Tabel 7. Pengukuran Kadar Timbal pada Sediaan *Lip Cream* dengan Spektrofotometer Serapan Atom  $\lambda = 217 \text{ nm}$**

Sampel	Berat Sampel	Absorban	Konsentrasi ( $\mu\text{g/mL}$ )	Kadar ( $\mu\text{g/g}$ )	Kadar rata-rata $\pm$ SD
DS	2,0019	0,0026	0,5849	14,6086	13,9801 $\pm$ 0,7197
		0,0023	0,5283	13,1950	
		0,0025	0,5660	14,1366	
HB	2,0018	0,0085	1,6981	42,4143	42,8855 $\pm$ 0,8162
		0,0088	1,7547	43,8280	
		0,0085	1,6981	42,4143	
KB	2,0035	0,0161	3,1321	78,1657	77,5368 $\pm$ 0,5446
		0,0159	3,0943	77,2224	
		0,0159	3,0943	77,2224	

Contoh Perhitungan Kadar Timbal: Sampel HB

$$y = a + bx$$

$$0,0085 = -0,0005 + 0,0053x$$

$$x = 1,6981 \mu\text{g/mL}$$

- Kadar Pb =  $\frac{C \times V \times Fp}{Bs}$

$$= \frac{1,6981 \mu\text{g/mL} \times 50 \text{ mL}}{2,0018 \text{ g}}$$

$$= 42,4143 \mu\text{g/g}$$

- Kadar rata-rata =  $\frac{42,4143 \mu\text{g/g} + 43,8280 \mu\text{g/g} + 42,4143 \mu\text{g/g}}{3}$

$$= 42,8855 \mu\text{g/g}$$

- Standar Deviasi

$$\begin{aligned} \text{SD} &= \sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \\ &= \sqrt{\frac{(42,4143-42,8855)^2 + (43,8280-42,8855)^2 + (42,4143-42,8855)^2}{3-1}} \\ &= \sqrt{\frac{1,33236513}{2}} \\ &= 0,8162 \end{aligned}$$

**Lampiran 11. Penentuan Presisi dengan Spektrofotometer Serapan Atom**

**Tabel 8. Hasil Presisi intraday dengan Spektrofotometer Serapan Atom**

Konsentrasi (µg/mL)	Absorban	Rata-rata ± SD	KV (%)
1	0,0039	0,0038 ± 0,00007	1,8
	0,0038		
	0,0038		
4	0.0201	0,0200 ± 0,00021	1,05
	0.0202		
	0.0198		
12	0,0634	0,0625 ± 0,00081	1,3
	0,0624		
	0,0618		

**Tabel 9. Hasil Presisi interday dengan Spektrofotometer Serapan Atom**

Konsentrasi (µg/mL)	Hari Ke	Absorban	Rata-rata ± SD	KV (%)
1	1	0,0039	0,0038 ± 0,00007	1,8
		0,0038		
		0,0038		
	2	0.0057	0,0056 ± 0,0001	1,8
		0.0055		
		0.0056		
	3	0.0063	0,0062 ± 0,0001	1,6
		0.0062		
		0.0063		
4	1	0.0201	0,0200 ± 0,00021	1,05
		0.0202		
		0.0198		

	2	0,0206	0,0209 ± 0,0003	1,4
		0,0209		
		0,0212		
	3	0,0241	0,0242 ± 0,00021	0,9
		0,0240		
		0,0244		
12	1	0,0634	0,0625 ± 0,00081	1,3
		0,0624		
		0,0618		
	2	0,0670	0,0671 ± 0,00031	0,5
		0,0668		
		0,0674		
	3	0,0613	0,0612 ± 0,00065	1,1
		0,0605		
		0,0618		

Contoh Perhitungan Presisi :

- Standar Deviasi

$$\begin{aligned}
 SD &= \sqrt{\frac{\sum (xi - \bar{x})^2}{n-1}} \\
 &= \sqrt{\frac{(0,0039 - 0,0038)^2 + (0,0038 - 0,0038)^2 + (0,0038 - 0,0038)^2}{3-1}} \\
 &= \sqrt{\frac{0,00000001}{2}} \\
 &= 0,00007
 \end{aligned}$$

- Koefisien Variasi

$$\begin{aligned}
 KV &= \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% \\
 &= \frac{0,00007}{0,0038} \times 100\% = 1,8\%
 \end{aligned}$$

**Lampiran 12. Penentuan Akurasi (% Recovery) dengan Spektrofotometer Serapan Atom**

**Tabel 10. Penentuan Akurasi (% Recovery) pada sampel**

Sampel	Penambahan larutan baku 10 ppm (%)	Absorban	Rata-rata absorban	Konsentrasi (µg/mL)	% Recovery
KB	40	0,0234	0,0235	4,5283	113,63
		0,0236			
		0,0236			
KB	80	0,0280	0,0293	5,6226	100,75
		0,0287			
		0,0313			
KB	120	0,0394	0,0388	7,4151	115,15
		0,0376			
		0,0395			

Contoh Perhitungan Akurasi pada Sampel :

- Kadar dari sampel

Absorban rata-rata sampel adalah 0,0160

$$y = a + bx$$

$$0,0160 = -0,0005 + 0,0053x$$

$$x = 3,1132 \text{ µg/mL}$$

- Perhitungan volume larutan induk yang dipipet

$$\text{Akurasi 40\%} = \frac{40}{100} \times C_s$$

$$= \frac{40}{100} \times 3,1132 \text{ µg/mL}$$

$$= 1,2453 \text{ µg/mL}$$

$$V1 \times N1 = V2 \times N2$$

$$V1 \times 10 \mu\text{g/mL} = 10 \text{ mL} \times 1,2 \mu\text{g/mL}$$

$$V1 = 1,2 \text{ mL}$$

- Perhitungan % Recovery sampel (Akurasi 40%)

$$y = a + bx$$

$$0,0235 = -0,0005 + 0,0053x$$

$$x = 4,5283 \mu\text{g/mL}$$

- $\% \text{ Recovery} = \frac{CF - CS}{CA} \times 100\%$   
 $= \frac{4,5283 \mu\text{g/mL} - 3,1132 \mu\text{g/mL}}{1,2453 \mu\text{g/mL}} \times 100\%$   
 $= 113,63\%$

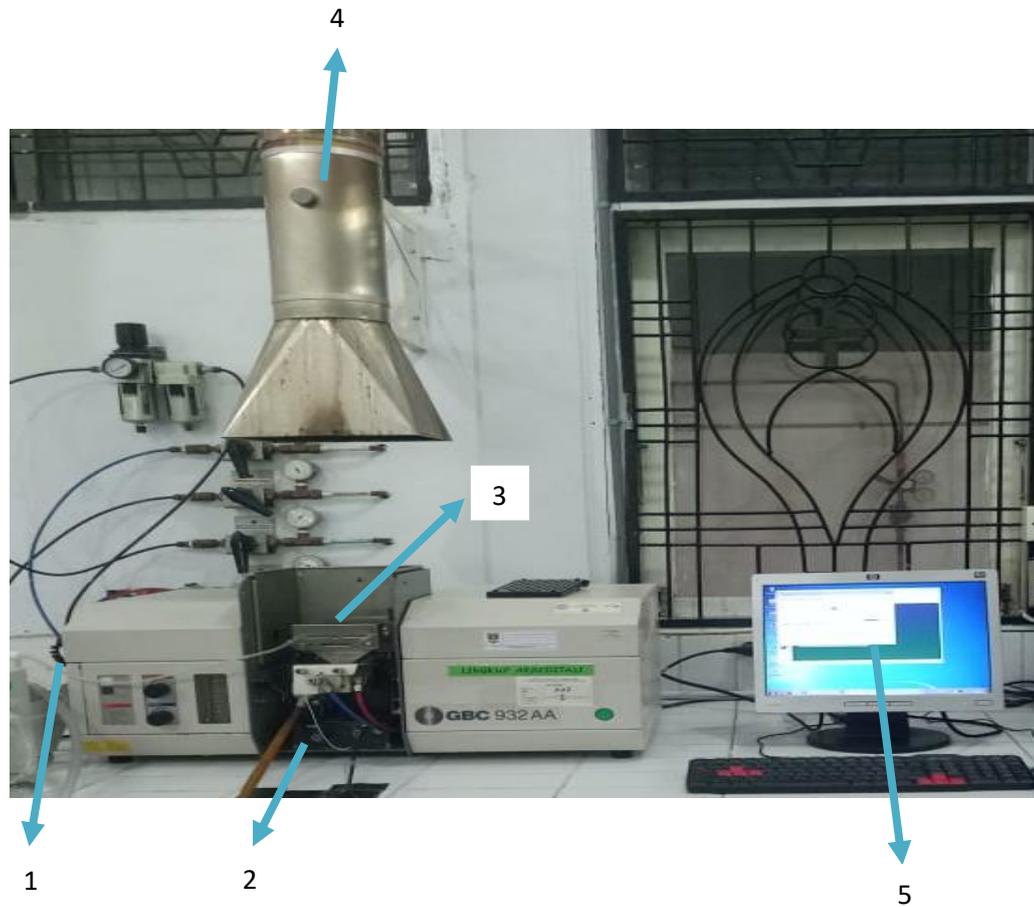
Keterangan :

CF = Konsentrasi total sampel yang diperoleh dari pengukuran ( $\mu\text{g/mL}$ )

CS = Konsentrasi sampel sebenarnya ( $\mu\text{g/mL}$ )

CA = Konsentrasi analit yang ditambahkan ( $\mu\text{g/mL}$ )

### Lampiran 13. Alat Spektrofotometer Serapan Atom Varian GBC



**Gambar 14. Alat Spektrofotometer Serapan Atom Varian GBC**

Keterangan gambar :

1. Sumber sinar (lampu katoda)
2. Tempat sampel
3. Tempat terjadinya nyala
4. Ruang pembuangan uap
5. Pencatat hasil (*Readout*)

## Lampiran 14. Persyaratan Cemaran Logam Berat Dalam Kosmetik

**Tabel 11. Persyaratan Cemaran Logam Berat Dalam Kosmetik Menurut 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 Cemaran Mikroba Dan Logam Berat Dalam Kosmetika**



BADAN PENGAWAS OBAT DAN MAKANAN  
REPUBLIK INDONESIA

-5-

LAMPIRAN  
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 CEMARAN MIKROBA DAN  
LOGAM BERAT DALAM KOSMETIKA.

### 1. PERSYARATAN CEMARAN MIKROBA

Persyaratan Pengujian	Kosmetika untuk: i. anak dibawah 3 (tiga) tahun; ii. area sekitar mata; dan iii. membran mukosa	Kosmetika selain untuk: i. anak dibawah 3 (tiga) tahun; ii. area sekitar mata; dan iii. membran mukosa
Angka Lempeng Total (ALT)	Tidak lebih dari $5 \times 10^2$ koloni/g atau koloni/mL	Tidak lebih dari $10^3$ koloni/g atau koloni/mL
Angka Kapang dan Khamir (AKK)	Tidak lebih dari $5 \times 10^2$ koloni/g atau koloni/mL	Tidak lebih dari $10^3$ koloni/g atau koloni/mL
<i>P. aeruginosa</i>	Negatif per 0,1g atau 0,1 mL sampel (contoh uji)	Negatif per 0,1g atau 0,1 mL sampel (contoh uji)
<i>S. aureus</i>	Negatif per 0,1g atau 0,1 mL sampel (contoh uji)	Negatif per 0,1g atau 0,1 mL sampel (contoh uji)
<i>C. albicans</i>	Negatif per 0,1g atau 0,1 mL sampel (contoh uji)	Negatif per 0,1g atau 0,1 mL sampel (contoh uji)

### 2. PERSYARATAN CEMARAN LOGAM BERAT

Jenis Cemaran	Persyaratan
Merkuri (Hg)	tidak lebih dari 1 mg/kg atau 1 mg/L (1 bpj)
Timbal (Pb)	tidak lebih dari 20 mg/kg atau 20 mg/L (20 bpj)
Arsen (As)	tidak lebih dari 5 mg/kg atau 5 mg/L (5 bpj)
Kadmium (Cd)	tidak lebih dari 5 mg/kg atau 5 mg/L (5 bpj)

KEPALA BADAN PENGAWAS OBAT DAN MAKANAN  
REPUBLIK INDONESIA,  
ttd.

ROY A. SPARRINGA