

**ANALISIS KANDUNGAN LOGAM Pb (II) DALAM LIPSTIK  
YANG DI JUAL SECARA *ONLINE* DI KOTA SAMARINDA  
MENGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI *UV-VISIBLE***

**SKRIPSI**

**ALBERTA INTAN  
191148201064**



**PROGRAM STUDI S-1 FARMASI  
SEKOLAH TINGGI ILMU KESEHATAN DIRGAHAYU SAMARINDA  
2023**

## LEMBAR PENGESAHAN

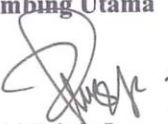
### ANALISIS KANDUNGAN LOGAM Pb (II) DALAM LIPSTIK YANG DI JUAL SECARA *ONLINE* DI KOTA SAMARINDA MENGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI *UV-VISIBLE*


Dipersiapkan dan disusun oleh:

**ALBERTA INTAN**  
191148201064

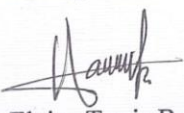
Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada tanggal 04 Agustus 2023

#### Pembimbing Utama

  
Nurillahi Febria Leswana, M.Sc  
NIDN: 1108029403

  
Mengetahui,  
Ketua Program Studi S-1 Farmasi  
apt. Liniati Geografi, M.Sc.  
NIDN: 1123058401

#### Pembimbing Pendamping

  
Maria Elvina Tresia Butar-Butar, M.Farm  
NIDN: 1117049501

Tim Penguji :

**Ketua:** apt.Siti Jubaidah,S.Farm.,M.Pd

#### Anggota

1. apt.Muh.Taufiqurrahman,M.Farm

2. Nurillahi Febria Leswana,M.Sc

## **PEDOMAN PENGGUNAAN DAN PERBANYAKAN SKRIPSI**

Skripsi sarjana yang terdaftar dan tersedia di Perpustakaan Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Dirgahayu Samarinda, dan terbuka untuk umum dengan ketentuan bahwa hak cipta ada pada pengarang dengan mengikuti aturan HaKI yang berlaku di Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Dirgahayu Samarinda. Referensi kepustakaan diperkenankan dicatat, tetapi pengutipan atau peringkasan hanya dapat dilakukan seizin pengarang dan harus disertai dengan kebiasaan ilmiah untuk menyebutkan sumbernya.

Memperbanyak atau menerbitkan sebagian atau seluruh isi skripsi haruslah seizin Ketua Prodi Farmasi, Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Dirgahayu Samarinda.

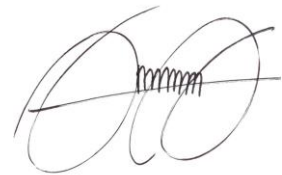
## LEMBAR PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa:

1. Karya tulis saya, skripsi ini, adalah asli dan belum pernah diajukan untuk mendapatkan gelar sarjana, baik di Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Dirgahayu Samarinda maupun perguruan tinggi lain.
2. Karya tulis ini adalah murni gagasan, rumusan, dan penelitian saya sendiri, tanpa bantuan dari pihak lain, kecuali arahan Tim Pembimbing dan masukan Tim Penelaah/Tim Penguji.
3. Dalam karya tulis ini tidak terdapat karya atau pendapat yang telah ditulis atau dipublikasikan orang lain, kecuali secara tertulis dengan jelas dicantumkan sebagai acuan dalam naskah dengan disebutkan nama pengarang dan dicantumkan dalam daftar pustaka.

Pernyataan ini saya buat dengan sesungguhnya dan apabila dikemudian hari terdapat penyimpangan dan ketidak benaran dalam pernyataan ini, maka saya bersedia menerima sanksi akademik berupa pencabutan gelar yang telah diperoleh karena karya ini, serta sanksi lainnya sesuai dengan norma yang berlaku di perguruan tinggi ini.

Samarinda, 04 Agustus 2023  
Yang membuat pernyataan,



(Alberta Intan)

## KUTIPAN

Kutipan atau saduran baik sebagian ataupun seluruh naskah, harus menyebut nama pengarang dan sumber aslinya, yaitu Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Dirgahayu Samarinda.

## **LEMBAR PERSEMBAHAN**

Skripsi ini saya dedikasikan dan persembahkan kepada  
Papa, Mama, Kakak, orang terkasih, dan sahabat  
terimakasih atas semua doa dan dukungannya

## ABSTRAK

Lipstik adalah sediaan kosmetika yang berfungsi memberikan warna pada bibir. Timbal (Pb) merupakan logam berat yang bersifat akumulatif dan toksik dalam tubuh manusia. Sifat timbal yang dapat larut dalam minyak dan lemak, bisa diserap melalui selaput atau lapisan kulit jika logam timbal (Pb) tersebut berada dalam produk kosmetik atau produk lain yang secara langsung bersentuhan dengan kulit. Oleh karena itu, dilakukan analisis timbal (Pb) pada kosmetik yaitu lipstik yang berada di *online shop*. Tujuan dari penelitian ini adalah menganalisis kandungan timbal (Pb) dan mengetahui kadar timbal (Pb) pada lipstik yang dijual secara *online* di Kota Samarinda. Analisis yang digunakan dalam penelitian ini menggunakan Spektrofotometri *UV-Vis* dengan penambahan *reagen* alizarin sulfonat pada sampel yang sebelumnya telah melalui proses destruksi basah. Validasi metode analisis Pb (II) pada lipstik dinyatakan memenuhi syarat, dari pada parameter yang digunakan, yaitu uji linearitas dengan nilai koefisien korelasi sebesar 0,9989, uji akurasi dengan nilai % *recovery* rata-rata sebesar 99,2 % dan uji presisi diperoleh nilai standar deviasi kurang dari 2 % pada semua konsentrasi. Hasil analisis dalam penelitian ini, dari 15 sampel lipstik yang diambil dari beberapa *online shop* menunjukkan ada 6 sampel lipstik, yaitu sampel A7 (207 mg/kg), B1 (91,65 mg/kg), B2 (40,8 mg/kg), B3 (103,95 mg/kg), B4 (113,55 mg/kg), B5 (119,5 mg/kg) yang mempunyai kadar Pb (II) melebihi persyaratan BPOM, yaitu  $\leq 20$  mg/kg. 9 sampel lipstik lainnya memenuhi syarat BPOM.

**Kata kunci:** Lipstik, Timbal, Kosmetika, Spektrofotometri *UV-Vis*

## **ABSTRACT**

*Lipstick is a cosmetic preparation that functions to give color to the lips. Lead (Pb) is a heavy metal that is accumulative and toxic in the human body. The nature of lead which can dissolve in oil and fat can be absorbed through the membranes or layers of the skin if lead metal (Pb) is in cosmetic products or other products that come in direct contact with the skin. Therefore, an analysis of lead (Pb) was carried out in cosmetics, namely lipstick, which was in the online shop. The purpose of this study was to analyze the lead (Pb) content and determine the lead (Pb) levels in lipsticks for sale online in Samarinda City. The analysis used in this study used UV-Vis spectrophotometry with the addition of alizarin sulfonate reagent to samples that had previously been through a wet destruction process. The validation of the Pb (II) analysis method on lipstick was declared qualified, rather than the parameters used, namely linearity test with a correlation coefficient value of 0.9989, accuracy test with an average % recovery value of 99.2% and precision test obtained a standard deviation value of less than 2% at all concentrations. The results of the analysis in this study, from 15 lipstick samples taken from several online shops showed that there were 6 lipstick samples, namely samples A7 (207 mg/kg), B1 (91,65 mg/kg), B2 (40,8 mg/kg), B3 (103,95 mg/kg), B4 (113,55 mg/kg), B5 (119,5 mg/kg) that had Pb (II) levels exceeding BPOM requirements, namely  $\leq 20$  mg / kg. The other 9 lipstick samples meet BPOM requirements.*

**Keywords:** *Lipstick, Lead, Cosmetics, Uv-Vis Spectrophotometry*

## KATA PENGANTAR

Shalom,

Puji dan syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa atas berkat dan rahmat-Nyalah sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi yang berjudul **“IDENTIFIKASI KANDUNGAN TIMBAL DALAM LIPSTIK YANG DI JUAL SECARA *ONLINE* DI KOTA SAMARINDA MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI *UV-VISIBLE*”** tepat pada waktu yang ditentukan.

Penelitian dan penulisan skripsi ini dilakukan untuk memenuhi salah satu syarat untuk mendapatkan gelar sarjana pada jurusan Farmasi di Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Dirgahayu Samarinda.

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Dosen Pembimbing Ibu Nurillahi Febria Leswana, M.Sc dan Ibu Maria Elvina Tresia Butar-Butar, M.Farm atas dukungan, bimbingan, nasihat serta pengorbanan yang telah diberikan. Pada kesempatan ini, tidak lupa penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Ibu Ns.Vinsensia Tetty, M.Kep. selaku Ketua Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Dirgahayu Samarinda,
2. Ibu apt.Liniati Geografi, M.Sc. selaku Ketua Program Studi S-1 Farmasi,
3. Ibu apt.Liniati Geografi, M.Sc. selaku Pembimbing Akademik yang telah banyak memberikan bimbingan dan arahan serta nasihat kepada penulis,
4. Seluruh staf dosen, staf administrasi serta karyawan Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Dirgahayu Samarinda,
5. Kepada Orangtua yang selalu memberikan doa, dukungan, dan nasihat kepada penulis,
6. Serta teman-teman Angkatan 2019 yang telah memberikan support, masukan, dan kegembiraan selama penulis kuliah di Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Dirgahayu Samarinda.

Dalam penyusunan skripsi ini masih banyak kesalahan dan kekurangan karena pengetahuan yang masih sangat terbatas. Oleh karena itu, dengan segala kerendahan hati diharapkan masukan berupa kritik dan saran yang bersifat membangun untuk perbaikan di masa yang akan datang. Penulis berharap semoga skripsi ini akan memberikan manfaat bagi penulis sendiri dan juga bagi pihak lain yang berkepentingan.

Samarinda, 04 Agustus 2023

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>LEMBAR PENGESAHAN .....</b>	<b>i</b>
<b>PEDOMAN PENGGUNAAN DAN PERBANYAKAN SKRIPSI.....</b>	<b>ii</b>
<b>LEMBAR PERNYATAAN .....</b>	<b>iii</b>
<b>KUTIPAN.....</b>	<b>iv</b>
<b>LEMBAR PERSEMBAHAN .....</b>	<b>v</b>
<b>ABSTRAK .....</b>	<b>vi</b>
<b>ABSTRACT.....</b>	<b>vii</b>
<b>KATA PENGANTAR.....</b>	<b>viii</b>
<b>DAFTAR ISI .....</b>	<b>x</b>
<b>BAB I      PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
1.1    Latar Belakang .....	1
1.2    Identifikasi Masalah .....	4
1.3    Tujuan Penelitian.....	4
1.4    Manfaat Penelitian .....	4
1.5    Hipotesis Penelitian .....	5
<b>BAB II     TINJAUAN PUSTAKA .....</b>	<b>6</b>
2.1    Pengertian Bibir .....	6
2.2    Kosmetika.....	6
2.2.1 Penggolongan kosmetik menurut bahan yang digunakan dan cara pengolahannya .....	6
2.2.2 Penggolongan kosmetika menurut kegunaannya bagi kulit.....	7
2.2.3 Faktor-faktor yang mempengaruhi efek samping Kosmetik .....	8
2.3    Lipstik .....	9
2.3.1 Pengertian Lisptik .....	9
2.3.2 Komponen Lisptik .....	9
2.4    Logam Timbal.....	11
2.4.1 Sifat Fisika dan Kimia Logam Timbal .....	11

2.4.2 Toksisitas Logam Timbal .....	12
2.5 Spektrofotometri <i>UV-Visible</i> .....	13
2.5.1 Pengertian Spektrofotometri <i>UV-Visible</i> .....	13
2.5.2 Tipe-tipe Spektrofotometri <i>UV-Visible</i> .....	14
2.5.3 Prinsip Kerja Spektrofotometri <i>UV-Visible</i> .....	14
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN .....</b>	<b>18</b>
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian .....	18
3.2 Alat dan Bahan .....	18
3.3 Metode Penelitian .....	18
3.4 Prosedur Penelitian.....	20
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>25</b>
4.1 Hasil.....	25
4.1.1 Uji Kualitatif.....	25
4.1.2 Uji Kuantitatif.....	27
4.2 Pembahasan .....	28
4.2.1 Uji Kualitatif.....	28
4.2.2 Uji Kuantitatif.....	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>42</b>

## DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
4.1. Hasil analisis logam Pb (II) pada sampel lipstik.....	26
4.2. Hasil Pengukuran Kadar Pb (II) dalam Sampel Lipstik.....	28

## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1. Logam Timbal Pb (II) .....	11
4.1. Spektrum <i>UV-Visible</i> kompleks Pb-Alizarin sulfonat .....	27
4.2. Grafik Stabilitas Kompleks dalam Berbagai kondisi pH .....	27

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
Lampiran 1 Surat Izin Penelitian .....	42
Lampiran 2 Surat PA ( <i>pro analysis</i> ) Bahan Standar .....	44
Lampiran 3 Gambar Hasil Uji Kualitatif Sampel .....	46
Lampiran 4 Hasil Uji Kuantitatif Sampel .....	47
Lampiran 5 Hasil Perhitungan Kadar Sampel .....	56
Lampiran 6 Hasil Uji Validasi Metode .....	63

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar belakang**

Kosmetika adalah bahan atau sediaan yang dimaksudkan untuk digunakan pada bagian luar tubuh manusia seperti epidermis, rambut, kuku, bibir, dan organ genital bagian luar, atau gigi dan membran mukosa mulut terutama untuk membersihkan, mewangikan, mengubah penampilan, dan memperbaiki bau badan atau melindungi atau memelihara tubuh pada kondisi baik (BPOM, 2019). Salah satu produk kosmetika yang sering digunakan khususnya bagi para wanita yaitu lipstik (Wardani, 2013). Lipstik adalah produk kosmetika yang dibuat dari cetak tuang bahan berbasis padatan yang mengandung bahan pewarna terlarut atau tersuspensi yang memenuhi kriteria atau persyaratan sebagai pewarna (Agoes, 2015). Sediaan ini mengandung lilin, minyak, dan pewarna sebagai tiga bahan utama dan beberapa bahan tambahan sebagai antioksidan, pengawet, dan parfum (Gao dkk., 2014). Terdapat berbagai jenis produk lipstik yang beredar di pasaran dengan izin edar yang dikeluarkan oleh BPOM (Badan Pengawas Obat dan Makanan). Namun ada pula yang tidak terdaftar sehingga tidak memiliki izin edar secara resmi.

Maraknya penyalahgunaan logam berat pada lipstik perlu diwaspadai, Salah satunya adalah logam berat timbal (Pb) mulai dimanfaatkan sebagai salah satu zat pembuat sediaan kosmetik terutama pada lipstik. Penambahan timbal (Pb) secara sengaja terjadi karena dapat membuat lipstik menjadi tahan dari pengoksidasian udara dan tahan air (Utomo, 2005). Dan juga Penggunaan timbal (Pb) dalam lipstik bertujuan untuk mendapatkan warna yang mencolok pada jenis kosmetika tersebut (Wardani dkk., 2020).

Menurut Jaya dkk. (2013) penggunaan timbal (Pb) pada kosmetik biasanya ditambahkan untuk pewarna sediaan. Kandungan logam berat seperti timbal (Pb) pada kosmetik memiliki efek samping jika digunakan dalam kadar yang berlebih

karena logam timbal (Pb) akan berpenetrasi lalu terabsorpsi pada kulit. Dan akan masuk ke dalam aliran darah sehingga mengakibatkan gangguan pada kesehatan. Namun masih banyak ditemukan adanya kandungan logam berat seperti timbal (Pb) didalam kosmetik, salah satunya adalah lipstik (Jaya dkk., 2013).

Menurut Widowati *et al.* (2008), mekanisme timbal berdasarkan organ yang dipengaruhinya sehingga dapat menyerang sistem *hematopoietik (sel darah yang belum matang atau sedang berkembang)*, sistem saraf, sistem urinaria, sistem *gastro-intestinal*, sistem *kardiovaskuler*, sistem reproduksi, sistem *endokrin*, dan bersifat *karsinogenik* dalam dosis yang tinggi. Menurut Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan (BPOM) Republik Indonesia Nomor 17 tahun 2014 tentang persyaratan cemaran mikroba dan logam berat dalam kosmetika bahwa batas aman cemaran untuk logam berat timbal (Pb) adalah tidak lebih dari 20 mg/kg atau 20 mg/L (20 bpj). Hal ini juga dipertegas oleh *Euro Commission* untuk ambang batas cemaran logam berat khususnya timbal (Pb) dalam kosmetik. Masyarakat perlu dilindungi dari peredaran kosmetika yang tidak memenuhi persyaratan keamanan, kemanfaatan, dan mutu karena kosmetika yang mengandung logam berat melebihi persyaratan dapat merugikan dan membahayakan kesehatan masyarakat itu sendiri (Fatmawati dkk., 2021).

Menurut penelitian yang telah dilakukan oleh Nursidika dkk. (2018) terdapat 8 sampel yang diperiksa mengandung kadar timbal lebih dari persyaratan BPOM RI nomor HK.03.1.23.07.11.6662 tahun (2011), yaitu 28 hingga 56 ppm. Hasil penemuan ini menunjukkan masih banyaknya lipstik yang tidak memenuhi syarat kesehatan dan dapat berdampak buruk bagi kesehatan konsumen. Menurut penelitian Arifiyana (2018) menunjukkan bahwa dari 6 sampel lipstik yang memiliki nomor registrasi BPOM, 4 sampel diantaranya terindikasi mengandung logam timbal (Pb), dan diantara 6 sampel lipstik yang tidak memiliki nomor registrasi BPOM, 2 sampel diantaranya terindikasi mengandung logam Timbal (Pb).

Menurut penelitian Fernanda dkk. (2019) menunjukkan seluruh sampel lipstik pada beberapa merek lipstik yang beredar di wilayah Kota Surabaya baik yang memiliki nomor registrasi BPOM maupun yang tidak memiliki nomor registrasi BPOM mengandung logam berat timbal (Pb) melebihi batas yang telah

ditetapkan oleh BPOM, yaitu  $\geq 20$  ppm. Rata-rata kadar timbal (Pb) dalam sampel lipstik yang teregistrasi dan lipstik yang tidak teregistrasi masing-masing adalah 108,9517 ppm dan 102,7183 ppm.

Menurut penelitian Manaheda dkk. (2019) dari seluruh 6 sampel lipstik yang memiliki No. BPOM maupun yang tidak memiliki No. BPOM mengandung logam berat timbal yang melebihi batas aman yang telah ditetapkan oleh BPOM, yaitu 20 ppm. Hasil kadar logam berat timbal tertinggi pada sampel sebesar 114,0701 ppm dan terendah pada sampel sebesar 99,5133 ppm.

Penelitian identifikasi kandungan timbal (Pb) dalam lipstik telah banyak dilakukan dengan menggunakan metode Spektrofotometri *UV-Visible* dan Spektrofotometri Serapan Atom. Kelebihan dari instrumen Spektrofotometer *UV-Vis* yaitu dapat digunakan untuk menganalisis banyak zat organik dan anorganik, selektif, mempunyai ketelitian yang tinggi dengan kesalahan relatif sebesar 1%-3%, analisis dapat dilakukan dengan cepat dan tepat, serta dapat digunakan untuk menetapkan kuantitas zat yang sangat kecil (Sripatundit, 2013).

Penjualan kosmetik secara *online* dengan harga yang relatif murah perlu diwaspadai keamanan dan kualitasnya. Banyak dijumpai kosmetik khususnya lipstik yang dijual secara *online* yang kerap mengandung bahan logam berbahaya. Dilakukan pemilihan pengambilan sampel secara *online* di *online shop* di Samarinda karena konsumen pada umumnya lebih banyak berbelanja kosmetik salah satunya lipstik pada saat ini dengan memesan secara *online*. Minat konsumen untuk berbelanja telah banyak beralih menjadi berbelanja melalui media *online*. Hal ini dikarenakan terdapat banyak keuntungan yang ditawarkan dalam belanja *online*, antara lain bersifat menyenangkan, praktis, efisien, mudah dalam proses transaksi, hemat tenaga dan biaya, tidak dibatasi oleh tempat dan waktu, dan beraneka ragam produk yang ditawarkan (Amri dkk., 2019).

Berdasarkan pada latar belakang di atas, peneliti tertarik untuk menganalisis kandungan timbal dalam lipstik yang dijual secara *online* di kota Samarinda menggunakan Spektrofotometri *UV-Visible*, sehingga dapat memberikan informasi mengenai persebaran produk lipstik yang berbahaya bagi masyarakat terutama para wanita yang menggunakan lipstik dalam kehidupan

sehari-hari, khususnya produk lipstik yang secara *online* beredar di kota Samarinda.

## **1.2 Identifikasi Masalah**

Identifikasi masalah dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

- 1.2.1 Apakah lipstik yang beredar secara *online* di kota Samarinda mengandung logam berat berbahaya timbal (Pb) ?
- 1.2.2 Berapa kadar timbal (Pb) yang terdapat dalam lipstik yang beredar secara *online* di kota Samarinda dan ketentuan bahan penggunaan timbal dalam kosmetik ?

## **1.3 Tujuan Penelitian**

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

- 1.3.1 Mengidentifikasi kandungan timbal (Pb) yang beredar secara *online* di kota Samarinda.
- 1.3.2 Mengetahui kadar timbal (Pb) pada sampel lipstik yang beredar secara *online* di kota Samarinda dan memberikan informasi mengenai ketentuan dari penggunaan bahan timbal (Pb) dalam kosmetik menurut BPOM.

## **1.4 Manfaat Penelitian**

Manfaat dari penelitian ini bagi peneliti, masyarakat, dan peneliti lain adalah sebagai berikut :

### **1.4.1 Bagi Peneliti**

Agar menambah wawasan dan dapat menemukan permasalahan tentang kandungan logam timbal (Pb) pada lipstik yang beredar secara *online* di kota Samarinda serta tingkat pengetahuan dan sikap konsumen terhadap lipstik yang dijual secara *online* di kota Samarinda.

#### 1.4.2 Bagi Masyarakat

Sebagai bahan informasi dan edukasi kepada masyarakat khususnya para kaum wanita sehingga meningkatkan pengetahuan dan wawasan tentang kandungan logam timbal (Pb) pada lipstik yang diperjual belikan secara *online*.

#### 1.4.3 Bagi Peneliti Lain

Penelitian ini dapat menjadi acuan atau tambahan referensi dan perbandingan bagi peneliti lain yang ingin melakukan penelitian di bidang yang sama dimasa yang akan datang.

### 1.5 Hipotesis Penelitian

Hipotesis dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

- 1.5.1 Lipstik yang beredar secara *online* di kota Samarinda mengandung logam timbal (Pb).
- 1.5.2 Kandungan logam timbal (Pb) dalam lipstik yang beredar secara *online* di kota Samarinda berada pada kadar tertentu.

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Pengertian Bibir

Bibir atau *labia* adalah lekukan jaringan lunak yang mengelilingi bagian yang terbuka dari mulut. Bibir terdiri dari otot *orbikularisoris* dan dilapisi oleh kulit pada bagian eksternal dan membran mukosa pada bagian internal (Syafri, 2017). Bibir berbeda dari struktur sekitarnya, bibir atas dimulai dari lubang hidung dan dasar alar nasi setiap sisi dan berakhir di lateral pada lipatan nasolabial. Bibir atas dibagi menjadi subunit oleh *philtral columns*. *Philtral columns* terbentuk oleh serat *musculus orbicularis oris* kontralateral yang melalui garis tengah. Lekukan ditengah antar *philtral columns* disebut *philtral groove*. *Cupid's bow* merupakan bagian persimpangan kulit dan vermillion diantara *philtral columns*. Bibir bagian bawah dimulai dari lipatan nasolabial di lateral dan dibatasi oleh lipatan labiomental. Bibir atas dan bawah menyatu di komisura (Matros dan Pribaz, 2014). *Supply* darah ke bibir berasal dari arteri karotis eksterna yang diteruskan ke arteri fasialis. Secara anatomi, bibir dibagi menjadi dua bagian yaitu bibir bagian atas dan bibir bagian bawah. Bibir bagian atas terbentang dari dasar dari hidung pada bagian *superior* sampai ke lipatan nasolabial pada bagian lateral dan batas bebas dari sisi *vermillion* pada bagian *inferior*. Bibir bagian bawah terbentang dari bagian atas sisi *vermillion* sampai ke bagian komisura pada bagian lateral dan kebagian mandibula pada bagian *inferior* (Parwar *et al.*, 2011).

#### 2.2 Kosmetika

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 atau memperbaiki bau badan, melindungi atau memelihara tubuh pada kondisi baik (Permenkes, 2010).

2.2.1 Penggolongan kosmetik menurut bahan yang digunakan dan cara pengolahannya

Kosmetik yang beredar di pasaran sekarang ini dibuat dengan berbagai jenis bahan dasar dan cara pengolahannya. Menurut bahan yang digunakan dan cara pengolahannya, kosmetik dapat dibagi menjadi 2 golongan besar yaitu kosmetik tradisional dan kosmetik *modern* (Pangaribuan, 2017)

- a. Kosmetik Tradisional : Kosmetik tradisional adalah kosmetik alamiah atau kosmetik asli yang dapat dibuat sendiri langsung dari bahan-bahan segar atau yang telah dikeringkan, buah- buahan dan tanam-tanaman disekitar kita.
- b. Kosmetik *Modern* : Kosmetik *modern* adalah kosmetik yang diproduksi secara pabrik (laboratorium), dimana telah dicampur dengan zat-zat kimia untuk mengawetkan kosmetik tersebut agar tahan lama, sehingga tidak cepat rusak.

**2.2.2** Penggolongan kosmetika menurut kegunaannya bagi kulit Berdasarkan kegunaannya bagi kulit kosmetik dibagi menjadi 2 kelompok sebagai berikut : (Tranggono, 2007)

1. Kosmetik perawatan kulit (*skin care cosmetics*) jenis ini perlu untuk merawat kebersihan dan kesehatan kulit. termasuk di dalamnya:

1. Kosmetik untuk membersihkan kulit (*cleanser*): sabun, *cleansing cream*, *cleansing milk*, dan penyegar kulit (*freshener*).
2. Kosmetik untuk melembabkan kulit (*moisturizer*), misalnya *moisturizer cream*, *night cream*, anti *wrinkle cream*.
3. Kosmetik pelindung kulit, misalnya *sunscreen cream* dan *sunscreen foundation*, *sun block cream/lotion*.

Kosmetik untuk menipiskan atau mengamplas kulit (*peeling*), misalnya *scrub cream* yang berisi butiran-butiran halus yang berfungsi sebagai pengamplas.

### 1. Kosmetik riasan (*dekoratif atau make up*)

Jenis ini diperlukan untuk merias dan menutup cacat pada kulit sehingga menghasilkan penampilan yang lebih menarik serta menimbulkan efek psikologis yang baik, seperti percaya diri. Dalam kosmetik riasan, peran zat warna dan pewangi sangat besar. Kosmetik dekoratif terbagi menjadi dua golongan, yaitu:

1. Kosmetik dekoratif yang hanya menimbulkan efek pada permukaan dan pemakaian sebentar, misalnya lipstik, bedak, pemerah pipi, *eye-shadow*, dan lain-lain.
2. Kosmetik dekoratif yang efeknya mendalam dan biasanya dalam waktu lama baru luntur, misalnya kosmetik pemutih kulit, cat rambut, pengeriting rambut, dan lain-lain.

### 2.2.3 Faktor-faktor yang mempengaruhi efek samping kosmetik

Menurut Pangaribuan (2017) ada empat faktor yang mempengaruhi efek kosmetika terhadap kulit, yaitu faktor manusia pemakainya, faktor lingkungan alam pemakai, faktor kosmetika dan gabungan dari ketiganya.

1. Faktor manusia: Perbedaan warna kulit dan jenis kulit dapat menyebabkan perbedaan reaksi kulit terhadap kosmetika, karena struktur dan jenis pigmen melaminnya berbeda.
2. Faktor iklim: Setiap iklim memberikan pengaruh tersendiri terhadap kulit, sehingga kosmetika untuk daerah tropis dan sub tropis seharusnya berbeda.
3. Faktor kosmetika: Kosmetika yang dibuat dengan bahan berkualitas rendah Atau bahan yang berbahaya bagi kulit dan cara pengolahannya yang kurang baik, dapat menimbulkan reaksi negatif atau kerusakan kulit seperti alergi atau iritasi kulit.
4. Faktor gabungan dari ketiganya: Apabila bahan yang digunakan kualitasnya kurang baik, cara pengolahannya kurang baik dan diformulasikan tidak sesuai dengan manusia dan lingkungan pemakai maka akan dapat menimbulkan kerusakan kulit,

seperti timbulnya reaksi alergi, gatal-gatal, panas dan bahkan terjadi pengelupasan. Peningkatan penggunaan kosmetik di Indonesia terjadi akibat *trend* yang tidak hanya wanita, namun pria pun sudah banyak menggunakan kosmetik, sehingga pasaran kosmetik tidak terbatas pada wanita. Selain itu, kesadaran akan mempercantik diri merupakan *trend* sekarang ini.

Hal ini yang menjadi pemicu peningkatan produksi dan penyebaran kosmetik di Indonesia. Kebutuhan yang tinggi akan kosmetik termasuk lipstik, menyebabkan kesadaran akan bahan yang kemungkinan berbahaya pada kosmetik (Brown, 2013). Pada tahun 2009 dan 2011 FDA mempublikasikan penemuan kandungan timbal (Pb) dalam lipstik. Penelitian yang dilakukan menemukan banyaknya logam dalam produk kecantikan bibir, seperti timbal, *aluminium*, *cadmium*, *kobalt*, *krom*, tembaga, mangan, nikel, dan *titanium* (Liu *et al.*, 2013).

## **2.3 Lipstik**

### **2.3.1 Pengertian lipstik**

Lipstik adalah sediaan kosmetika yang digunakan untuk mewarnai bibir dengan sentuhan artistik sehingga dapat meningkatkan estetika dalam tata rias wajah, tetapi tidak boleh menyebabkan iritasi pada bibir (Mukaromah, 2008). Lipstik berfungsi memberi warna bibir agar terwujud riasan yang cantik serta segar dan sehat sesuai yang diinginkan.

### **2.3.2 Komposisi lipstik**

Lipstik terdiri dari zat warna yang terdispersi dalam basis yang umumnya terbuat dari campuran lilin dan minyak, dalam komposisi yang optimal sehingga dapat memberikan suhu lebur dan *viskositas* yang di kehendaki. Suhu lebur lipstik yang ideal diatur hingga suhu mendekati suhu bibir, yaitu antara 36-38 °C. Menurut Vishwakarma dkk. (2011), suhu lebur lipstik yang ideal umumnya 50 °C. adapun komponen utama dalam sediaan lipstik terdiri dari minyak, lilin, lemak, dan zat warna (Tranggono dan Latifah, 2007)

### 1. Minyak

Minyak yang digunakan dalam sediaan lipstik harus memberikan kelembutan, kekilauan dan berfungsi sebagai *medium* pendispersi zat warna. Minyak yang sering digunakan antara lain minyak jarak, *tetrahydrofurfuryl* alkohol, *isopropyl myristate*, *butyl stearat*, dan *paraffin oil*.

### 2. Lilin

Lilin digunakan untuk memberikan struktur batang yang kuat pada lipstik dan menjaganya tetap padat walau keadaan hangat. Lilin yang biasa digunakan antara lain *carnauba wax*, *paraffin wax*, *ozokerite*, *beeswax*, *candellila wax*, *spermaceti*, dan *ceresine*.

### 3. Lemak

Lemak yang biasa digunakan adalah campuran lemak padat yang berfungsi untuk membentuk lapisan *film* pada bibir, memberi tekstur yang lembut, meningkatkan kekuatan lipstik, mengikat antara fase minyak dan fase lilin serta dapat mengurangi efek berkeringat dan pecah pada lipstik. Lemak pada yang biasa digunakan dalam basis lipstik adalah lemak coklat, *lanolin*, *lesitin* dan minyak tumbuhan yang sudah dihidrogenasi.

### 4. Zat warna

Zat warna dalam lipstik dibedakan antara dua jenis yaitu *staining dye* dan pigmen. *staining dye* merupakan zat warna yang larut atau terdispersi dalam basisnya, sedangkan pigmen adalah zat warna yang tidak larut tetapi tersuspensi dalam basisnya.

## 2.4 Logam Timbal

Timbal (Pb) merupakan unsur kimia yang memiliki lambang Pb dan nomor atom 82. Timbal dalam kosmetik merupakan sumber paparan timbal yang sangat kecil dibandingkan sumber lain, karena jumlah kosmetik dalam satu kali aplikasi sebenarnya sangat kecil dibandingkan dengan jumlah konsumsi atau paparan air, makanan atau udara yang dibutuhkan seseorang. Meskipun demikian, fakta bahwa timbal terakumulasi dalam tubuh seiring waktu dan aplikasi kosmetik yang mengandung timbal secara berulang-ulang dapat menyebabkan paparan yang signifikan. Namun, konsekuensi dari produk ini hanya bisa diverifikasi dengan benar dengan melakukan penelitian penilaian risiko populasi terhadap paparan logam berat (Al-Saleh dkk.,2009). Timbal dalam kosmetik merupakan cemaran (zat pengotor) pada bahan dasar pembuatan kosmetik. Bahan dasar pembuatan kosmetik seperti *beewax* secara alami mengandung Timbal (Pb) <10 ppm, bahan pewarna seperti *iron oxide* mengandung kadmium <1 ppm dan timbal <10 ppm (Rowe, 2009).



Gambar 2.1 Logam Timbal Pb (II) (Bakri, 2017)

### 2.4.1 Sifat Fisika dan Kimia Logam Timbal

Timbal (Pb) merupakan salah satu jenis logam berat yang sering juga disebut dengan istilah timah hitam (*plumbum*). Timbal (Pb) biasa digunakan untuk melapisi logam, agar tidak timbul perkaratan (Febriwani dkk., 2017). Timbal yang disimbolkan dengan Pb, merupakan logamberat golongan IV-A pada tabel periodik unsur kimia. Memiliki warna biru kelabu dan bersifat lunak. Timbal (Pb) memiliki titik didih 1,620 °C dan titik leleh 327,502 °C. Logam ini dapat mengkerut pada suhu dingin. Timbal dapat larut dalam HNO<sup>3</sup>, asam asetat, dan asam sulfat pekat (Fernanda, 2012).

Timbal mempunyai nomor atom (NA) 82 dengan bobot atau berat atom (BA) 207,2 dengan suhu 550-600 °C timbal menguap dan membentuk oksigen dalam udara lalu timbal oksida. merupakan logam yang tahan terhadap peristiwa korosi atau karat, mempunyai kerapatan yang lebih besar dibandingkan logam-logam biasa, kecuali emas dan merkuri, merupakan logam yang lunak sehingga dapat dipotong dengan menggunakan pisau atau dengan tangan dan dapat dibentuk dengan mudah. Walaupun bersifat lunak dan lentur, timbal sangat rapuh dan mengerut pada pendinginan, sulit larut dalam air dingin, air panas, air asam (Palar, 2012).

#### 2.4.2 Toksisitas Timbal

Keracunan timbal dapat menyebabkan efek akut dan kronis. Keracunan akut yaitu akibat paparan yang terjadi dalam waktu yang relatif singkat (dapat terjadi dalam waktu 2-3 jam), dengan kadar yang relatif besar. Keracunan akut yang disebabkan oleh timbal biasanya terjadi karena kecelakaan misalnya, peledakan atau kebocoran yang tiba-tiba dari uap logam timbal, kerusakan sistem ventilasi di dalam ruangan. Keracunan akut ditandai oleh rasa terbakar pada mulut, terjadinya perangsangan dalam *gastrointestinal*, dan diikuti dengan diare. Keracunan kronis terjadi karena absorpsi timbal dalam jumlah kecil, tetapi dalam jangka waktu yang lama dan terakumulasi dalam tubuh. Gejala keracunan kronis ditandai oleh rasa mual, anemia, sakit di sekitar perut, dan dapat menyebabkan kelumpuhan. Organ-organ tubuh yang menjadi sasaran dari keracunan timbal adalah sistem peredaran darah, sistem saraf, sistem urinaria, sistem reproduksi, sistem *endokrin*, dan jantung (Palar, 2008). Timbal sebagai logam berat merupakan unsur yang terbanyak di alam. Timbal nampak mengkilap atau berkilauan ketika baru dipotong, tetapi segera menjadi buram ketika kontak dengan udara terbuka (Sugiyarto dan Restno, 2010).

Salah satu gangguan yang diakibatkan oleh keracunan Pb dan persenyawaan anorganiknya adalah gangguan pada sistem hematopoetik adalah terhambatnya aktivitas enzim *aminolevulinic acid dehydrogenase* (ALAD) dalam *eritroblas* sumsum tulang dan eritrosit pada sintesis *heme*. Hal ini akan mengakibatkan penurunan kadar ALAD dengan darah dalam peningkatan kadar

amino *levulinate acid* (ALA) dalam serum dan urin (Ardyanto, 2005). Efek yang ditimbulkan tidak semerta-merta tampak pada pemakai lipstik melainkan bahan-bahan tersebut akan terakumulasi dalam tubuh dan pada suatu saat akan menimbulkan efek yang besar. Secara klinis, timbal merupakan bahan toksik murni (Shannon, 2007).

Pada manusia maupun pada ternak, Timbal (Pb) bersifat akumulatif dalam tubuh dan dapat merusak seluruh sistem organ dalam tubuh. Pada anak-anak, keracunan Pb dapat menyebabkan kemunduran mental yang bersifat permanen. Lebih lanjut dinyatakan bahwa Timbal (Pb) yang terkandung dalam makanan orang dewasa rata-rata terserap 5-10 % oleh tubuh, sedangkan pada bayi dan anak-anak hingga 40 % atau lebih. Dapat ditekan dengan adanya kalsium (Ca) dan fosfor (P), sehingga konsumsi kalsium (Ca) yang tinggi akan menekan pengambilan Pb tubuh (Kadem dkk. 2004).

## **2.5 Spektrofotometri *UV-Visible***

### **2.5.1 Pengertian Spektrofotometri *UV-Visible***

Spektrofotometer merupakan instrumen penting dalam analisis kimia. Instrumen ini digunakan untuk menguji sampel tertentu yang berorientasi pada pengukuran kualitatif dan kuantitatif. Oleh karena itu, instrumen ini penting digunakan pada sektor pendidikan, penelitian, maupun industri (Sölvason dan Foley, 2015).

Pada spektrofotometri *UV-Vis* ada beberapa istilah yang digunakan terkait dengan molekul, yaitu *kromofor*, *auksokrom*, efek batokromik atau pergeseran merah, efek hipokromik atau pergeseran biru, hipsokromik, dan hipokromik. *Kromofor* adalah molekul atau bagian molekul yang mengabsorpsi sinar dengan kuat di daerah *UV-Vis*. *Auksokrom* adalah gugus fungsi yang mengandung pasangan elektron bebas berikatan kovalen tunggal, yang terikat pada *kromofor* yang mengintensifkan absorpsi sinar *UV-Vis* pada *kromofor* tersebut, baik panjang gelombang maupun intensitasnya (Suhartati, 2017).

### **2.5.2 Tipe Instrumen Spektrofotometri *UV-Visible***

Tipe Instrumen pada Spektrofotometri *UV-Visible* adalah sebagai berikut :

1. *Single-beam* instrument merupakan tipe instrument untuk pengukuran kuantitatif dengan cara mengukur nilai absorbansinya pada panjang gelombang tunggal. Panjang gelombang paling rendah adalah 190 sampai 210 nm dan paling tinggi adalah 800 sampai 1000 nm. *Single-beam* instrumen ini memiliki keuntungan, seperti harganya murah dan sederhana (Suhartati, 2013).
2. *Double-beam* instrumen merupakan tipe instrument yang memiliki dua sinar dari hasil dibentuk oleh cermin yang memiliki bentuk seperti V atau disebut juga pemecah sinar. Panjang gelombang 190 sampai 750 nm. Sinar yang pertama akan melalui larutan blanko dan sinar yang kedua secara bersamaan melalui larutan sampel (Suhartati, 2013).

### 2.5.3 Prinsip Kerja Spektrofotometri *UV-Visible*

Setiap komponen kimia bersifat mengabsorpsi cahaya, atau memantulkan cahaya (bisa juga radiasi elektromagnetik) pada panjang gelombang tertentu. Nilai absorbansi dari cahaya yang diserap sebanding dengan konsentrasi larutan di dalam kuvet. jadi, larutan dimasukkan ke dalam kuvet, cahaya dilewatkan ke dalam kuvet. Kuvet ini biasanya terbuat dari kaca dengan sifat sedikit mengabsorpsi cahaya. Kuvet terbuat dari kaca kuarsa yang sedikit mengabsorpsi cahaya. Kuvet yang terbuat dari bahan kuarsa mempunyai kualitas yang lebih baik dari pada kuvet yang terbuat dari gelas. Kualitas kuvet dilihat dari banyak sedikitnya sinar yang diserap oleh kuvet tersebut. Semakin sedikit sinar yang diserap oleh kuvet tersebut. Kualitas kuvet semakin baik.

Prinsip kerja spektrofotometri *UV-Vis* adalah berdasarkan Hukum *Lambert-Beer* menyatakan bahwa semakin banyak sinar yang diabsorpsi oleh sampel organik di panjang gelombang tertentu maka semakin tinggi juga absorbannya (Suhartati, 2013). Rumus untuk hukum *Lambert-Beer* ditunjukkan oleh persamaan (2.1) : (Suhartati, 2013)

$$A = \log I_0/I = a \cdot b \cdot c = \epsilon \cdot b \cdot c$$

Keterangan:

A = absorban

$I_0$  = intensitas sinar yang sebelum melalui sampel

I = intensitas sinar yang sesudah melalui sampel

a = absorptivitas ( $\text{g}^{-1} \text{cm}^{-1}$ )

$\epsilon$  = ekstinsi atau absorptivitas molar ( $\text{M}^{-1} \text{cm}^{-1}$ )

b = lebar sel yang dilewati oleh sinar (cm)

c = konsentrasi (mol/L)

#### 2.5.4 Analisis logam timbal dengan Spektrofotometri *UV-Visible*

Pengukuran kadar timbal menggunakan Spektrofotometri *UV-Visible* sudah pernah dilakukan sebelumnya, penelitian Tuslinah dkk. (2022) menganalisis menggunakan Spektrofotometri *UV-Visible* kadar timbal dalam rumput laut dan agar rumput laut, bahwa kadar kedua sampel berturut-turut yaitu 1,017 ppm dan 1,02 ppm, menunjukkan kedua sampel memiliki kadar dibawah batas kuantisasi tetapi tidak melebihi batas maksimal yang dipersyaratkan dalam SNI 016236-2000, yaitu 2 ppm (Tuslinah dkk., 2022).

Penelitian Fatmawati dkk. (2021) menganalisis kadar timbal dalam pensil alis dan perona mata menggunakan Spektrofotometri *UV-Visible*, hasil analisis yang didapatkan, yaitu kadar pada sampel perona mata semuanya memenuhi syarat BPOM tidak lebih dari 20 mg/kg atau 20 mg/L (20 bpj). Dan hasil dari sampel pensil alis diperoleh 1 dari 3 sampel mengandung logam timbal melebihi persyaratan (Fatmawati dkk., 2021).

Penelitian Wardani dkk. (2020) menganalisis kadar timbal dalam *liptint* impor menggunakan Spektrofotometri *UV-Visible*, hasil analisis yang didapatkan dari penelitian tersebut adalah sampel *liptint* impor yang beredar di pasaran wilayah kota Tasikmalaya mengandung timbal dengan konsentrasi 2,149 ppm, sehingga masih dinyatakan aman untuk digunakan oleh masyarakat (Wardani dkk., 2020).

Kelebihan dari analisis menggunakan metode spektrofotometri *Uv-Visible* adalah metode ini memberikan cara sederhana untuk menetapkan kuantitas zat yang kecil dan hasil yang diperoleh cukup akurat (Sripatundit, 2013). Pada beberapa penelitian sebelumnya yang telah dilakukan umumnya pengambilan

sampel diambil pada pasar atau toko kosmetik tertentu, langsung ke lokasi tersebut. Namun jarang dilakukan pengambilan sampel secara *online*. Oleh karena itu, peneliti tertarik melakukan pengambilan sampel dengan pemesanan produk secara *online*.

### 2.5.5 Metode Adisi Standar

Adisi standar merupakan metode pengukuran yang dilakukan dengan cara menambahkan sampel ke dalam larutan standar yang telah diketahui konsentrasinya. Hal ini bertujuan untuk mengurangi kesalahan pengukuran yang disebabkan oleh adanya matriks dalam sampel (Emilia, 2021). Metode ini dipakai secara luas karena hanya terjadi sedikit kesalahan yang disebabkan oleh perbedaan kondisi lingkaran (*matriks*) sampel dan standar. Pada metode adisi standar ini dua atau lebih sejumlah volume tertentu dari sampel dipindahkan ke labu ukur. Satu larutan diencerkan sampai volume tertentu, selanjutnya diukur absorbansinya tanpa ditambah dengan zat standar, sedangkan larutan yang lain sebelum diukur absorbansinya ditambahkan terlebih dahulu dengan sejumlah tertentu larutan standar, kemudian diencerkan seperti pada larutan yang pertama (Nasifah dkk.,2017). (Yusuf dkk. 2014) Berdasarkan hukum Beer akan berlaku hal-hal berikut: Persamaan (2.1)

$$A_x = k \cdot C_x \quad A_t = k (C_s + C_x)$$

Keterangan :

$C_x$  = kadar zat sampel

$C_s$  = kadar zat yang ditambahkan ke dalam larutan sampel

$A_x$  = absorbansi zat sampel (tanpa penambahan zat standar)

$A_t$  = absorbansi zat sampel + zat standar

Jika kedua rumus digabung maka diperoleh: Persamaan (2.2)

$$C_x = C_s \times \frac{A_x}{A_t - A_x}$$

Konsentrasi analit dalam sampel dapat dihitung dengan membuat grafik  $A_t$  lawan  $C_s$ . Dengan mengekstrapolasi  $A_t = 0$  pada grafik atau mensubstitusikan nilai  $Y = 0$  (absorbansi = 0) akan diperoleh kadar analit dalam sampel, sehingga diperoleh: Persamaan (2.3)

$$C_x = C_s \times \frac{A_x}{0 - A_x}$$

$$C_x = C_s \times \frac{A_x}{-A_x}$$

$$C_x = -C_s$$

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium kimia STIKES Dirgahayu Samarinda yang berlangsung dari Maret sampai dengan Mei 2023.

#### 3.2 Alat dan Bahan

##### 3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut: Spektrofotometri *UV-Visible*, timbangan analitik, pH meter, *hotplate*, *beaker glass* 50 ml, vial, tabung reaksi, rak tabung reaksi, pipet ukur 2 ml, pipet ukur 10 mL, corong, spatula, *kurs porselen*, batang pengaduk, labu ukur 50 ml, dan labu ukur 100 ml.

##### 3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut : Standar Timbal Pb (II) nitrat (Merck), Alizarin Sulfonat *pro analysis* (Merck), *Buffer asetat* pH 3, 4, 5, 6, KI 0,5 N, HNO<sub>3</sub> pekat dan HCl pekat (Larutan *aqua regia*), *aquabidest*, kertas saring *whattman* no 42, *aluminium foil*, dan 15 buah sampel lipstik (berbeda merek) yang diperoleh secara *online* di *online shop* di kota Samarinda.

#### 3.3 Metode Penelitian

##### 3.3.1 Jenis Penelitian

Jenis penelitian ini adalah penelitian eksperimental laboratorium yaitu dengan menguji sampel kosmetik lipstik secara kualitatif untuk mengetahui ada atau tidaknya timbal. Sampel lipstik tersebut kemudian di uji secara kuantitatif agar mengetahui kadar dari timbal.

### 3.3.2 Definisi Operasional

1. Lipstik adalah pewarna bibir untuk mewarnai bibir yang diperoleh melalui pemesanan secara *online* di kota Samarinda yang di duga mengandung timbal (Pb) di dalamnya.
2. Uji kualitatif adalah metode untuk menganalisis apakah terdapat kandungan timbal (Pb) atau tidak di sampel lipstik dengan destruksi basah.
3. Uji kuantitatif adalah metode untuk menganalisis kadar dari timbal yang terdapat dalam lipstik dengan spektrofotometri *UV-Visible*.

### 3.3.3 Populasi dan Sampel atau Sumber data

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah lipstik yang diambil melalui pemesanan *online* (*Purposive Sampling*), yaitu penentuan sampel atas dasar pertimbangan tertentu dari peneliti. Pemilihan sampel lipstik yang diambil secara *online* dari *online shop* di kota Samarinda dengan kriteria sebagai berikut: berdasarkan tidak lengkapnya keterangan dalam pembungkus di wadah lipstik dan lengkapnya keterangan dalam pembungkus di wadah lipstik, seperti nomor izin edar BPOM dan nomor registrasi pada kosmetik tersebut. Populasi penelitian ini adalah semua jenis lipstik dari berbagai merek. Sampel lipstik yang diambil sejumlah 15 lipstik dari populasi 20 merek lipstik dengan varian warna yang berbeda-beda.

### 3.3.4 Teknik Pengumpulan Data

#### 1. Data Primer

Pengumpulan data diperoleh melalui pemesanan *online* dari *online shop* di kota Samarinda kemudian diuji di Laboratorium kimia STIKES Dirgahayu Samarinda dengan metode destruksi basah dan Spektrofotometri *UV-Visible* untuk mengetahui keberadaan kandungan timbal (Pb) dalam sampel lipstik tersebut.

## 2. Data Sekunder

Data sekunder diambil dari jurnal, buku, dan literatur atau referensi yang mendukung dan berkaitan sebagai acuan atau dasar pembuatan rancangan penelitian.

### 3.3.5 Teknik Analisis Data

Data yang akan disajikan dalam bentuk tabel, grafik, dan pembahasan. Hasil penelitian uji kualitatif berupa reaksi pada larutan timbal asetat terbentuk endapan kuning pekat timbal iodida baik dari sampel maupun standar Pb. Reaksi timbal iodida diketahui dari uji kualitatif ion timbal menggunakan KI 0,5 N dan menggunakan larutan Pb asetat. Hasil penelitian uji kuantitatif berupa nilai absorbansi dari sampel dan larutan baku timbal (Pb). Kadar sampel dapat diketahui dari hasil perhitungan kurva kalibrasi yang diperoleh dari  $y = bx \pm a$  yaitu  $y$  merupakan nilai absorbansi dan  $x$  adalah kadar terukur. Dimana hasil perhitungan dari sampel kadarnya berupa mg/kg atau mg/L. Dalam penelitian ini menggunakan metode adisi standar karena mampu meminimalkan kesalahan yang disebabkan oleh perbedaan kondisi lingkungan (*matriks*) sampel dan standar.

## 3.4 Prosedur Penelitian

### 3.4.1 Uji Kualitatif

Uji Kualitatif yang dilakukan adalah sebagai berikut :

#### 1. Pengambilan sampel

Sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah 15 sampel lipstik dengan variasi merek yang berbeda-beda yang diperoleh dari beberapa *online shop*, yaitu *Facebook*, *Instagram*, dan *Shopee* yang berlokasi di Samarinda. Teknik pengambilan sampel yang digunakan pada penelitian ini, yaitu *purposive sampling*. Kriteria inklusi untuk pengambilan sampel adalah produk lipstik berbagai warna, harga murah, produk lokal dan impor, produk lipstik yang belum dialih bahasakan dalam bahasa indonesia (untuk lipstik impor), tidak ada nomor registrasi BPOM dan teregistrasi BPOM. Kriteria eksklusi untuk pengambilan sampel adalah produk lipstik yang rusak dan kadaluwarsa.

## 2. Preparasi sampel dengan destruksi basah

Sampel lipstik sebanyak  $\pm 1$  g ditimbang kemudian dimasukkan dalam *beaker glass* yang berisi *aqua regia* sebanyak 15 mL. Panaskan dengan menggunakan *hotplate* pada suhu  $\pm 110^{\circ}\text{C}$  selama kurang lebih 1 jam hingga mendidih, asap coklat pada larutan menghilang dan larutan berubah menjadi bening. Lalu larutan didiamkan sampai dingin. Larutan yang telah dingin disaring menggunakan kertas *Whatman*, dipipet sebanyak 2 mL, dimasukkan dalam labu ukur 100 mL kemudian ditambahkan *aquadest* sampai tanda batas (Fernanda dkk., 2019, Arifiyana, 2018). Penggunaan *aqua regia* dalam proses destruksi ini karena sifat senyawa yang termasuk dalam golongan asam sangat kuat (Wardani dkk., 2020). Sampel di destruksi untuk mendapatkan logam timbal yang terkandung didalam sampel dengan memutus ikatan unsur logam dengan komponen lain yang terdapat didalam sampel sehingga logam tersebut berada pada keadaan bebas (Fatmawati dkk., 2021). Keuntungan dari destruksi basah, yaitu suhu yang digunakan relatif lebih rendah sehingga hilangnya unsur-unsur sangat kecil. Di samping itu peralatannya lebih sederhana, proses oksidasi lebih cepat, dan waktu yang dibutuhkan relatif lebih cepat dari destruksi kering (Faqihuddin, 2021).

## 3. Uji kualitatif timbal Pb (II)

Sebanyak 1 mL larutan sampel dimasukkan ke dalam tabung reaksi, ditambahkan KI 0,5 N sebanyak 0,5 mL. Jika terbentuk endapan kuning, maka positif mengandung logam (Pb) (Fatmawati dkk., 2021).

### 3.4.2 Uji kuantitatif

Uji Kuantitatif yang dilakukan adalah sebagai berikut :

#### 1. Pembuatan larutan standar 1000 ppm timbal (II) nitrat

Sebanyak 0,1 g timbal nitrat dilarutkan dengan *aquabidest* dalam *beaker glass*, kemudian larutan dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL, tambahkan *aquabidest* sampai tanda batas 100 mL sehingga diperoleh konsentrasi 1000 ppm (Fatmawati dkk., 2021).

## 2. Pembuatan pereaksi 1000 ppm Alizarin sulfonat

Sebanyak 100 mg alizarin sulfonat dilarutkan dengan *aquabidest* dalam *beaker glass*, kemudian larutan dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL, tambahkan *aquabidest* sampai tanda batas 100 mL sehingga diperoleh konsentrasi 1000 ppm (Fatmawati dkk., 2021). Fungsi penambahan Alizarin sulfonat karena bisa membentuk senyawa kompleks dengan timbal (Aldinomera *et al.*, 2014). menjadi Pb-Alizarin Sulfonat yang berwarna kuning (Selpiana dkk., 2016).

## 3. Penentuan panjang gelombang maksimum

Larutan standar timbal konsentrasi 6 ppm sebanyak 500  $\mu$ L, ditambahkan *buffer asetat* dengan pH stabilitasnya sebanyak 1 mL, ditambah alizarin sulfonat 1 mL dan ditentukan panjang gelombang maksimum pada rentang 400–600 nm dari masing-masing pH (Wardani dkk., 2020).

## 4. Penentuan stabilitas pH dan *Operating Time*

Larutan standar timbal 6 ppm diambil sebanyak 500  $\mu$ L, dimasukkan kedalam labu ukur 10 mL, kemudian ditambahkan *buffer asetat* pH 3, 4, 5 dan 6 sebanyak 2 mL, ditambah alizarin sulfonat 1 mL sehingga menghasilkan kompleks alizarin berwarna *orange*. Kemudian dibaca absorbansinya pada panjang gelombang maksimumnya pada menit ke 0-50 setiap rentang waktu 5 menit dan ditentukan pH yang stabil beserta *operating time* dari masing-masing pH (Fatmawati dkk., 2021).

## 5. Pengukuran kadar timbal (Pb) pada sampel lipstik

Hasil preparasi sampel ditambahkan sebanyak 2 mL ke dalam 5 buah labu ukur 50 mL yang telah dimasukkan larutan standar  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  masing-masing konsentrasi 2 ppm, 4 ppm, 6 ppm, 8 ppm, dan 10 ppm lalu ditambahkan *aquabidest* sampai tanda batas. Masing-masing larutan diambil sebanyak 10 mL lalu ditambahkan dengan reagen alizarin sulfonat sebanyak 1 mL, kemudian ditambahkan 1 mL *buffer asetat* pH 3. Larutan di

diamkan selama *operating timenya* yaitu 25 menit, lalu diukur absorbansi pada panjang gelombang 423,66 nm menggunakan alat spektrofotometri *UV-Vis*. Masing-masing pengukuran larutan dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan. (Selpiana dkk., 2016).

### 3.4.3 Validasi Metode

Validasi Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

#### 1. *Linearitas*

Sampel simulasi yang telah ditambahkan larutan standar Pb 10 ppm, di destruksi dan di ambil 2 mL, ditambahkan larutan standar timbal konsentrasi 2 ppm, 4 ppm, 6 ppm, 8 ppm, dan 10 ppm pada labu ukur 50 mL, dan ditambahkan air sampai tanda batas, kemudian ditambahkan *buffer asetat* pH stabilitasnya sebanyak 1 mL dan *alizarin sulfonat* 1 mL, diamkan selama *operating-timenya* dan dibaca absorbansinya pada panjang gelombang maksimum sehingga diperoleh persamaan, koefisien korelasi ( $r$ ), dan koefisien variasi regresi fungsi ( $Vx0$ ) (Fatmawati dkk., 2021).

#### 2. Akurasi (Ketepatan)

Sampel simulasi yang telah dispiked (larutan sampel yang ditambahkan dengan larutan standar) 25 ppm diambil sebanyak 10 mL, kemudian ditambahkan *buffer asetat* dengan pH stabilitasnya sebanyak 1 mL dan *alizarin sulfonat* 1 mL, diamkan selama *operating-timenya*. Dibuat pengulangan sebanyak tiga kali. Absorbansi masing-masing konsentrasi dibaca pada panjang gelombang maksimum dan dihitung persen perolehan kembali (*% recovery*) (Fatmawati dkk., 2021). Uji *akurasi* dapat dinilai dari hasil pemeriksaan bahan kontrol dan dihitung sebagai nilai biasanya ( $d\%$ ) (Sukorini dkk., 2010). Keakuratan metode dapat diperoleh : Persamaan (3.1)

$$\text{Akurasi } d(\%) = \left| \frac{\mu - x}{\mu} \right| \times 100$$

x = konsentrasi standar

$\mu$  = konsentrasi standar yang terukur

Akurasi metode masih dinilai baik jika persentase perolehan kembalinya masih memenuhi rentang yang dipersyaratkan. Syarat persen perolehan kembali yang diperbolehkan, yaitu 80%-110% (Harmita, 2004).

c. Presisi (Ketepatan)

Sampel lipstik yang telah dispiked (larutan sampel yang ditambahkan dengan larutan standar) 25 ppm diambil 10 mL, kemudian ditambahkan *buffer asetat* dengan pH stabilitasnya sebanyak 1 mL dan *alizarin sulfonat* 1 mL, diamkan selama *operating-timanya*. Keterulangan metode analisis dinyatakan sebagai Standar Deviasiasi (SD) dan Koefisien Variasi (KV) (Fatmawati dkk., 2021).

Uji presisi dilakukan dengan menggunakan konsentrasi dari larutan standar timbal. Absorbansi dari standar tersebut digunakan untuk mencari standar deviasinya. Uji presisi ditentukan dengan menghitung nilai koefisien variasi (KV) (Sukorini dkk., 2010). Persamaan (3.2)

$$KV \% = \frac{SD}{x} \times 100$$

Keterangan :

SD = standar deviasi

KV = koefisien variasi

x = kadar analit

Hasil koefisien variasi yang diperoleh, yaitu tidak lebih dari 2%, sehingga nilai presisi telah memenuhi syarat parameter validasi. Semakin kecil nilai KV (%) semakin teliti metode tersebut dan sebaliknya (Sukorini dkk., 2010).

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Hasil

##### 4.1.1 Uji Kualitatif

Hasil dari analisis logam Pb (II) pada lipstik adalah sebagai berikut:

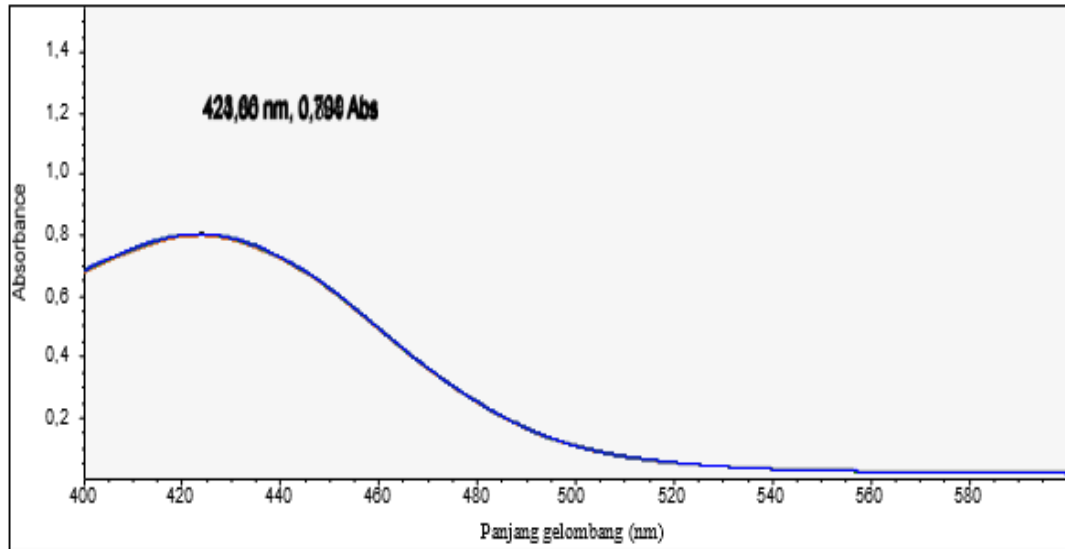
Tabel 4.1 Hasil analisis logam Pb (II) pada lipstik

Kode	Merek	Perubahan warna setelah ditambahkan (KI 0,5 N)	Keterangan
	Kontrol Positif	Kuning Pekat	Positif
	Kontrol Negatif	Putih Bening	Negatif
A	A1	Kuning Pekat	Positif
	A2	Kuning pekat	Positif
	A3	Kuning pekat	Positif
	A4	Kuning pekat	Positif
	A5	Kuning pekat	Positif
	A6	Kuning pekat	Positif
	A7	Kuning pekat	Positif
	A8	Kuning pekat	Positif
B	B1	Kuning pekat	Positif
	B2	Kuning pekat	Positif
	B3	Kuning pekat	Positif
	B4	Kuning pekat	Positif
	B5	Kuning pekat	Positif
	B6	Kuning pekat	Positif
	B7	Kuning pekat	Positif

#### 4.1.2 Uji Kuantitatif

Hasil pengukuran panjang gelombang maksimum adalah sebagai berikut:

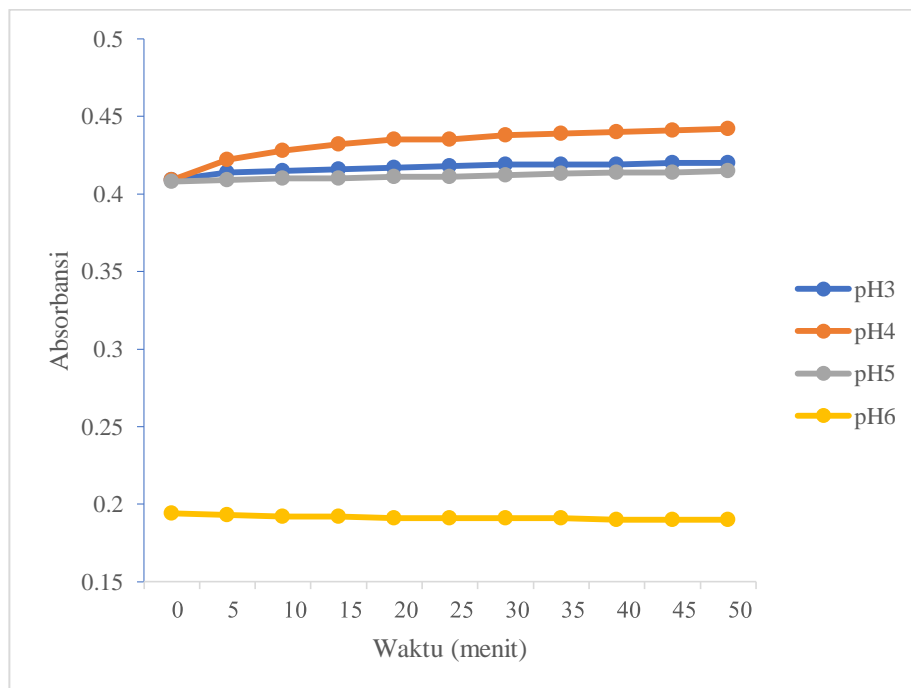
##### 1. Panjang Gelombang Maksimum



Gambar 4.1. Spektrum *UV-Visible* kompleks Pb-Alizarin sulfonat

Hasil pengukuran stabilitas pH dan *operating time* adalah sebagai berikut:

##### 2. Stabilitas pH dan *Operating Time*



Gambar 4.2. Grafik Stabilitas Kompleks dalam Berbagai kondisi pH

### 3. Pengukuran kadar Pb (II) dalam sampel lipstik

Hasil dari pengukuran kadar Pb (II) dalam sampel lipstik adalah sebagai berikut:

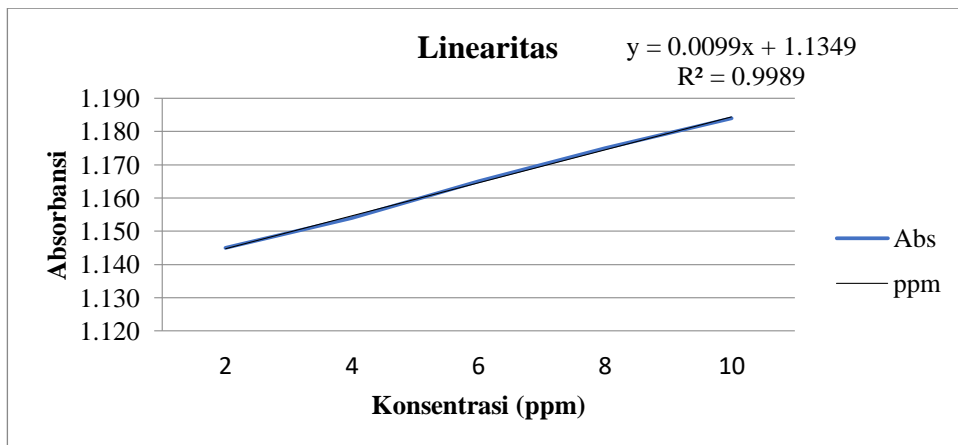
Tabel 4.2. Hasil Pengukuran Kadar Pb (II) dalam Sampel Lipstik

No	Kode Sampel	Konsentrasi (mg/kg)
1.	A1	3,37
2.	A2	8,25
3.	A3	7,72
4.	A4	6,94
5.	A5	0,79
6.	A6	8,32
7.	A7	207
8.	A8	8,17
9.	B1	91,65
10.	B2	40,80
11.	B3	103,95
12.	B4	113,55
13.	B5	119,50
14.	B6	7,12
15.	B7	7,95

#### 4.1.3 Validasi Metode

Hasil Uji Validasi Metode adalah sebagai berikut:

##### 1. Uji Linearitas Sampel



Gambar 4.4 Grafik Uji Linearitas

## 2. Uji Akurasi

Tabel 4.3. Tabel Data Akurasi Sampel Lipstik

<b>C (ppm)</b>	<b>Abs</b>	<b>C terhitung</b>	<b>% recovery</b>
25	0,625	24,86	99,2
50	0,815	49,38	98,76
125	1,145	126,18	100,94

## 3. Uji Presisi

Tabel 4.4 Tabel Data Presisi Sampel Lipstik

<b>Sampel 1</b>	<b>ppm</b>	<b>mg/kg</b>	<b>SD</b>	<b>RSD (%)</b>
Rep 1	300,6	2.040	0,220303	0,073242
Rep 2	301,0	2.040		
Rep 3	300,8	2.100		
<b>Sampel 2</b>				
Rep 1	267,8	20,085	0,057735	0,021562
Rep 2	267,8	20,085		
Rep 3	267,7	20,070		
<b>Sampel 3</b>				
Rep 1	111,690	885	1442,498	1,335164
Rep 2	109,059	810		
Rep 3	107,019	795		

## 4.2 Pembahasan

### 4.2.1 Uji Kualitatif

Analisis kualitatif adalah suatu proses dalam mengidentifikasi keberadaan suatu senyawa kimia dalam suatu larutan atau sampel yang tidak diketahui. Pada penelitian ini dilakukan analisis kandungan logam Pb dalam sampel lipstik yang beredar secara *online*, sampel yang diambil sebanyak 15 sampel dimana 8 sampel BPOM dan 7 tidak BPOM. Menggunakan beberapa reagen yang biasanya ada di laboratorium uji. Reagen yang dimaksud, yaitu KI 0,5 N. Penambahan reagen-reagen ini

mampu memberikan hasil uji positif dan negatif, yaitu berupa perubahan warna tertentu. Pada analisis logam berat, dilakukan preparasi sampel lipstik menggunakan metode destruksi basah dengan reagen KI. Destruksi berfungsi untuk memutus ikatan antara senyawa organik dengan logam yang akan dianalisis, sehingga di harapkan yang tertinggal hanya logamnya saja (Fernanda dkk., 2019).

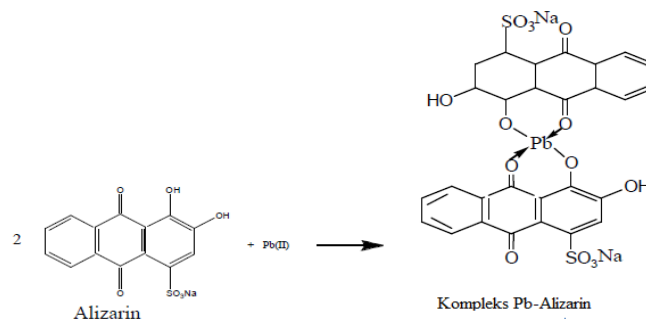
Pada destruksi basah diperlukan zat pengoksidasi, yaitu penambahan asam kuat. Larutan asam kuat yang digunakan adalah *aqua regia*, yang merupakan campuran asam kuat HCl dan HNO<sub>3</sub> dengan perbandingan 3:1. *Aqua regia* di pilih karena memiliki kemampuan melarutkan logam dengan proses yang lebih cepat (Fernanda dkk., 2019). Penambahan HCl bertujuan agar proses pendestruksian senyawa organik berjalan sempurna yang ditandai dengan terbentuknya larutan bening pada sampel. Penambahan HNO<sub>3</sub> bertujuan untuk memecah sampel menjadi senyawa yang mudah terurai. Proses destruksi basah pada penelitian ini dilakukan dengan cara menimbang sampel lipstik sebanyak 1 gram, kemudian dimasukkan kedalam *beaker glass* 50 mL dan ditambahkan *aqua regia* 15 mL, lalu Destruksi sampel dilakukan diatas *hot plate* pada suhu  $\pm 110$  °C selama kurang lebih 2 jam hingga asap coklat menghilang dan larutan berubah menjadi bening berwarna. Pemanasan pada suhu 110 °C untuk mempercepat proses pemutusan ikatan golongan non logam dan diharapkan dapat mencegah larutan HNO<sub>3</sub>, tidak cepat habis sebelum proses destruksi selesai, karena titik didih larutan HNO<sub>3</sub> yaitu 121 °C, pada proses ini akan timbul gas berwarna kecoklatan yang menandakan bahwa bahan organik telah dioksidasi oleh HNO<sub>3</sub>. Hasil destruksi sampel selanjutnya dilakukan analisis dengan reagen KI. Pada penambahan KI dinyatakan positif mengandung logam Pb apabila menghasilkan endapan kuning pekat PbI<sub>2</sub> (Arifiyana, 2018).

Berdasarkan uraian di atas diperoleh hasil analisis sebagaimana ditampilkan pada Tabel 4.1 . Pada Tabel 4.1 mengenai analisis logam Pb (II) pada sampel lipstik diperoleh hasil bahwa pada semua sampel kode A dan kode B menunjukkan hasil uji positif terhadap reagen KI. Kode A

menunjukkan sampel lipstik yang memiliki nomor registrasi BPOM dan kode B menunjukkan sampel lipstik yang tidak memiliki nomor registrasi BPOM.

#### 4.2.2 Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Pb-Alizarin sulfonat

Penentuan panjang gelombang maksimum dari larutan standar timbal (Pb) dengan *buffer asetat* dan alizarin sulfonat pada suasana asam pH 3 pada waktu 25 menit larutan didiamkan dan menghasilkan larutan berwarna kuning. Panjang gelombang maksimum yang dihasilkan yaitu 423,66 nm (Gambar 4.1). Penentuan panjang gelombang maksimum merupakan dasar untuk analisis kualitatif dan kuantitatif dalam metode spektrofotometri *UV-Visible*. Kompleks Pb-Alizarin sulfonat terjadi karena alizarin sulfonat memiliki pasangan elektron bebas pada atom oksigen yang mendonorkan pasangan elektronnya sehingga akan berikatan secara kovalen koordinasi dengan logam Pb (Gambar 4.3). Kompleks Pb-Alizarin sulfonat memiliki gugus kromofor (gugus tidak jenuh kovalen yang dapat menyerap energi radiasi elektromagnetik pada daerah *UV-Vis*), dan gugus ausokrom (gugus jenuh yang apabila terikat pada kromofor akan menyebabkan perubahan intensitas atau panjang gelombang, sehingga kompleks ini bisa dianalisis menggunakan metode spektrofotometri *UV-Vis* (Wardani dkk., 2020).



Gambar 4.3. Reaksi Pembentukan Kompleks Pb-Alizarin Sulfonat (Alsamarrai, 2011)

#### 4.2.3 Stabilitas Kompleks Pb-Alizarin Sulfonat

Stabilitas kompleks Pb-Alizarin sulfonat dapat dilihat melalui pengkajian pengaruh pH larutan terhadap absorbansi kompleks. Selain itu, stabilitas

kompleks juga dapat dilihat dari hasil penentuan *operating time*. Penentuan *operating time* pada spektrofotometri *UV-Visible* dilakukan dengan cara mengamati absorbansi larutan standar pada waktu-waktu tertentu. Hal ini bertujuan untuk menentukan stabilitas reaksi yang ditunjukkan dengan tidak adanya penurunan absorbansi. Proses ini bertujuan untuk mengetahui kondisi pH kompleks yang stabil dan mengetahui waktu pengukuran yang stabil dimana dihasilkan absorbansi yang stabil. Nilai pH yang digunakan untuk penentuan stabilitas kompleks yaitu 3, 4, 5, dan 6. Penentuan stabilitas pH dan *operating time* bertujuan untuk mengetahui kondisi pH kompleks yang stabil dan mengetahui waktu pengukuran yang stabil dan dihasilkan absorbansi yang stabil dalam rentang waktu tertentu (Fatmawati dkk., 2021). Penggunaan pH asam dikarenakan  $Pb^{2+}$  lebih stabil pada pH asam, sedangkan mulai pada pH 6,3 (basa) spesies  $Pb^{2+}$  berkurang dan terbentuk endapan  $Pb(OH)_2$  (Wardani dkk., 2020). Jika terbentuk endapan timbal pada larutan, maka jumlah ion timbal yang membentuk kompleks Pb-Alizarin sulfonat akan berkurang dan menimbulkan ketidaktepatan dalam pengukuran sampel. Alizarin sulfonat mampu membentuk kompleks dengan ion  $Pb^{2+}$  pada pH stabilitas yang berbeda-beda. Pengukuran dilakukan setiap 5 menit, berdasarkan kurva hubungan absorbansi terhadap waktu diperoleh kondisi yang stabil yaitu pH 3 pada menit ke 25 (Gambar 4.2).

#### **4.2.4 Pengukuran kadar Pb (II) dalam sampel lipstik**

Hasil pada tabel 4.2 menunjukkan bahwa kadar Pb (II) pada 15 sampel lipstik yang diambil dari beberapa *online shop*, terdapat 6 sampel lipstik yang memiliki kandungan Pb (II) melebihi batas yang telah di atur BPOM RI (BPOM, 2014). Penentuan kadar Pb (II) dilakukan terhadap sampel lipstik yang teregistrasi dan tidak teregistrasi BPOM. Metode yang digunakan untuk analisis kadar Pb (II) dalam sampel, yaitu metode adisi standar dimana sampel sebanyak 2 mL (yang telah di destruksi) ditambahkan larutan standar Pb (II) dengan konsentrasi dari 2 ppm, 4 ppm, 6 ppm 8 ppm, dan 10 ppm dalam labu ukur 50 mL. Kemudian ditambahkan *aquabidest* sampai tanda batas. Dan larutan tersebut diambil

10 mL kemudian ditambahkan reagen alizarin sulfonat serta *buffer asetat* pH 3. Larutan kemudian didiamkan selama *operating timenya* yaitu 25 menit. Selanjutnya, dilakukan pengukuran menggunakan spektrofotometri *UV-Vis* dengan pengulangan pengukuran 3 kali. Pemilihan deret konsentrasi pada adisi standar ini dilakukan berdasarkan batas persyaratan cemaran logam Pb (II), yaitu  $\leq 20$  mg/kg (BPOM, 2014). Fungsi penambahan *buffer asetat* untuk mempertahankan pH larutan agar tetap stabil. Adisi standar bertujuan untuk mengurangi kesalahan pengukuran yang di sebabkan oleh adanya matriks dalam sampel (Emilia, 2021).

Cemaran Pb (II) dalam produk lipstik dapat berasal dari pengotor yang terkandung dalam bahan dasar yang digunakan dalam pembuatan lipstik, kontaminasi dari alat-alat produksi yang mengandung timbal dan terbuat dari bahan cat. Terkadang pencampuran bahan mengandung (Pb) ini sengaja dilakukan agar menjadi lipstik menjadi kokoh dan tahan lama (Agustina, 2017).

Penambahan (Pb) yang disengaja biasanya untuk membuat produk lipstik tahan air dan tahan terhadap oksidasi udara (Utomo, 2005). Apabila suatu produk lipstik mengandung (Pb) dalam jumlah besar dan melebihi ambang batas, maka produk tersebut bisa memiliki efek toksik pada fungsi organ tubuh.

Kandungan timbal dalam kosmetik dapat diakibatkan oleh kontaminasi bahan baku yang digunakan, yang mengandung timbal seperti yang dikemukakan oleh BPOM RI (BPOM, 2014). Beberapa faktor yang diduga sebagai penyebab penyebaran timbal dalam lipstik adalah bahan dasar yang digunakan secara alami mengandung timbal seperti pada *beewax* yang mengandung Pb  $\leq 10$  ppm. Pewarna yang digunakan mengandung timbal, seperti *iron oxide* yang mengandung timbal  $\leq 10$  ppm (Rowe *et al.* 2014).

#### **4.2.4 Validasi Metode**

Validasi Metode merupakan suatu proses pengkajian atau pembuktian melalui pengujian dan analisis di laboratorium. Pengujian tersebut bertujuan untuk

mendapatkan data tentang kevalidan data suatu metode dari suatu prosedur yang digunakan. Validasi ini dilakukan sebagai upaya memberikan jaminan terhadap kualitas dan keamanan suatu produk industri farmasi termasuk kosmetika. Validasi metode analisis merupakan salah satu jenis dari validasi tersebut. Validasi metode bertujuan untuk memastikan dan membuktikan bahwa semua metode yang digunakan dalam pengujian sampel dapat mencapai hasil yang diinginkan secara baik dan konsisten (Musiam & Alfian, 2017).

Validasi metode analisis adalah suatu tindakan yang dilakukan dalam penilaian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya (Harmita, 2004). Pada penelitian ini parameter validasi yang digunakan adalah Linearitas, Akurasi, dan Presisi.

### **1. Linearitas**

Linearitas diukur melalui pembuatan kurva kalibrasi dengan memplotkan nilai absorbansi terukur (sumbu y) dengan kadar larutan standar (sumbu x). Dari persamaan regresi linier yang didapat kemudian dihitung nilai koefisien korelasi ( $r^2$ ). Persamaan kurva kalibrasi Pb pada rentang 1-5  $\mu\text{g/L}$  adalah  $y = 0,009x + 1,13$  dengan nilai koefisien korelasi 0,9989. Metode analisis ini memenuhi syarat linearitas, yang mana dapat di terima karena lebih besar dari 0,9950 (Feldsine *et al.* 2002). Hal ini menunjukkan bahwa metode analisis ini menghasilkan garis linier yang bagus. Linearitas adalah pengujian yang dilakukan untuk mengetahui kemampuan metode analisis dalam memberikan respon proporsional atau linear terhadap konsentrasi analit dalam sampel (Alegre *et al.* 2012). Rentang metode adalah pernyataan batas terendah dan tertinggi analit yang sudah ditunjukkan dapat ditetapkan dengan kecermatan, keseksamaan, dan linearitas yang dapat diterima (Harmita, 2004).

### **2. Akurasi (Ketepatan)**

Akurasi menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Akurasi dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (% *recovery*). Dalam penelitian ini akurasi dilakukan terhadap tiga konsentrasi

standar berbeda, yaitu 25, 50, dan 125 ppm yang ditambahkan ke dalam sampel simulasi berupa larutan. Hasil perolehan kembali (% *recovery*) dengan konsentrasi penambahan standar (25, 50, dan 125 ppm) berturut-turut 99,2 %, 98,76 %, dan 100,94 % (Tabel 3). Persen perolehan kembali yang memenuhi persyaratan diterima, yaitu 80-110 % (Riyanto, 2017).

### **3. Presisi (Ketepatan)**

Presisi menunjukkan ukuran derajat kesesuaian antara individual dari rata-rata jika prosedur digunakan secara berulang pada sampel yang diambil dari campuran yang homogen. Presisi di ukur sebagai standar deviasi (SD) dan koefisien variasi (KV). Dalam penelitian ini menetapkan keterulangan metode sebagai parameter presisinya. Keterulangan merupakan keseksamaan metode jika dilakukan berulang kali oleh analis yang sama pada kondisi yang sama dan interval waktu yang pendek. Pada Tabel 4.4 menunjukkan bahwa hasil koefisien variasi yang didapatkan, yaitu (0,073242), (0,021562), dan (1,335164). Hasil yang diperoleh tidak ada yang lebih dari 2 %, sehingga nilai presisi telah memenuhi syarat parameter validasi (Riyanto, 2017).

## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Kesimpulan

Kesimpulan dari penelitian ini, yaitu:

1. Dari lima belas sampel lipstik yang di uji secara kualitatif menggunakan reagen, yaitu KI semua sampel lipstik positif mengandung Pb (II).
2. Lima belas sampel lipstik yang di uji secara kuantitatif pada penelitian ini, terdapat enam sampel lipstik yang mengandung kadar Pb (II) lebih dari persyaratan BPOM, yaitu 40,8 hingga 207 mg/kg. Hasil dari penelitian ini menunjukkan masih banyaknya lipstik yang tidak memenuhi syarat kesehatan dan dapat membahayakan bagi kesehatan konsumen.

Metode analisis timbal (Pb) dalam lipstik menggunakan metode spektrofotometri *UV-Visible*, berdasarkan pembentukan kompleks Pb-alizarin sulfonat pada pH 3 dapat digunakan sebagai salah satu metode alternatif untuk analisis Pb dalam kosmetik.

#### 5.2 Saran

Saran untuk penelitian selanjutnya, yaitu:

1. Bagi peneliti lain, supaya melakukan penelitian lebih lanjut mengenai kandungan logam berat lain yang ada didalam lipstik teregistrasi dan tidak teregistrasi BPOM RI.
2. Bagi masyarakat, agar meningkatkan wawasan dan pengetahuan mengenai kandungan kosmetik terutama lipstik, kandungan Pb (II) pada lipstik lokal, selalu memperhatikan keterangan keamanan pada produk lipstik, dan mengecek nomor registrasi dari lipstik di *website* BPOM RI.

## DAFTAR PUSTAKA

- Agoes, G. 2015. *Sediaan Kosmetik (SFI-9)*. Bandung: ITB Press.
- Amanatur, R. S. A., Muadifah, A., and Martha, R. D. 2021. Validasi Metode Penetapan Kadar Pengawet Natrium Benzoat pada Sari Kedelai di Beberapa Kecamatan di Kabupaten Tulungagung Menggunakan Spektrofotometer Uv-Vis. *Jurnal Sains dan Kesehatan* Vol.3 (2) Hal. 120-127.
- Amri, A. I. S., Hasbullah, H., and Tan, M. I. 2019. Minat Konsumen Membeli Produk Online Shop Ditinjau dari Kepercayaan Konsumen. *Jurnal PROKSI (Jurnal Program Vokasi Ekonomi & Bisnis)*. Vol 2, (2). Hal.2623-1921.
- Ari, W. G., Abiya, S. L., and Setiawan, F. 2020. Analysis Of The Lead On Liptint Cosmetics On The Market Using UV-Vis Spectrophotometry Method. *Jurnal Kimia dan Pendidikan*. Vol.5, No.1. Tasikmalaya. STIKes Bakti Tunas Husada.
- Arifiyana, D. 2018. Identifikasi Cemaran Logam Berat Timbal (Pb) pada Lipstik yang Beredar di Pasar Darmo Trade Center (DTC) Surabaya dengan Reagen Sederhana, *Journal of Pharmacy and Science*. Vol. 3, (1) Hal. 2527-6328. DOI: 10.30870/educhemia.v3i2.3471.
- Aldinomera, R., Destiarti, L., and Ardiningsih, P. 2014. Penentuan Kadar Timbal (II) pada Air Sungai Kapuas secara Spektrofotometri Ultra Violet-Visible. *Jurnal Kimia Khatulistiwa*, Vol.3, No.1. Hal. 1-6.
- Alsamarrai, K. F. (2011). *Spectrophotometric Assay of Lead in Human Hair Samples by using alizarin red (S) in Samarra area*. J. of University of Anbar for Pure Science, Vol.5 No.3, pp:3-10.
- Agustina, K.L. 2017. Deteksi Kandungan Timbal pada Lipstik yang di Jual di Pasar Legi Jombang dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). *Karya Tulis Ilmiah*. Jombang: STIKes Insan Cendekia Medika.

- Alegre MR, Romero JE, and Broch SC. 2012. Is It Really Necessary to Validate an Analytical Method or Not That is the Question. *Journal of Chromatography A*. 1232: 101-109.
- BPOM, RI. 2019. Tentang Persyaratan Teknis Bahan Kosmetika. *Badan Pengawas Obat dan Makanan*, Jakarta.
- Brown, V. J. 2013. Metals in Lip Products-A Cause for Concern. *Environ Health Perspect*, Vol.121, No.6.-a196. <https://doi.org/10.1289/ehp.121-a196>.
- Bakri, S. N. 2017. Kandungan Logam Timbal (Pb) dan Cadmium (Cd) pada Organ Kulit, Daging, dan Hati Ikan Layang (*Decapterus russelli*) di Perairan Pantai Losari Kota Makassar. *Skripsi*. Jurusan Biologi pada Fakultas Sains dan Teknologi. Makassar: UIN Alauddin. Hal. 33.
- Chenny, H. 2010. *Make-up Bibir Sesuai Aura dan Fengshui*. PT Grahamedia Pustaka Utama: Jakarta.
- Denny, A. 2005. Deteksi pencemaran timah hitam (Pb) dalam darah masyarakat yang terpajan timbal (plumbum). *Jurnal Kesehatan Lingkungan Unair*, Vol.2, (1) Hal. 67-76.
- Emilia., Destiarti, L., Adhitiyawarman. 2021. Penentuan Kadar Mangan (Mn) pada Air Gambut Secara Spektrofotometri UV-Vis Dengan Perbandingan Metode Kurva Kalibrasi dan Adisi Standar. *Indonesian Journal of Pure and Applied Chemistry*. Vol. 4 No.1, Hal. 2.
- Farida, J., Guntarti, A., and Kamal, Z. 2013. Penetapan kadar Pb pada shampoo berbagai merk dengan metode spektrofotometri serapan atom. *Jurnal Pharmacia* Vol.3 (2) Hal. 10.
- Fatma, L., and Iswari, R. 2013. *Buku Pegangan Ilmu Pengetahuan Kosmetik*. Gramedia Pustaka Utama.
- Fatmawati, S., Situmorang, A., Pitria, A.N., and Rosyidah, N.S. 2021. Analisis Timbal Pada Pensil Alis dan Perona Mata Lokal Yang Beredar di Toko Online Menggunakan Metode Spektrofotometri Visible. *Jurnal Chimica et Natura Acta*. Vol. 9 No. 2 Hal. 50-57.
- Fernanda, L. 2012. Studi Kandungan Logam Berat Timbal (Pb), Nikel (Ni), Kromium (Cr), dan Kadmium (Cd) pada Kerang Hijau (*Perna viridis*)

- dan Sifat Fraksionasinya pada Sedimen Laut. *Skripsi*. Jurusan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Depok: Universitas Indonesia. Hal. 9.
- Fernanda, M. A. H. F dkk. 2019. Analisa Kadar Timbal (Pb) pada Lipstik di Wilayah Kota Surabaya yang Teregistrasi dan Tidak Teregistrasi Menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). *Journal of Pharmacy and Science*. Vol. 4, No. 1. Hal. 2549-3558.
- Faqihuddin., Ubaydillah, M. I. 2021. *Perbandingan Metode Destruksi Kering dan Destruksi Basah Instrumen Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) untuk Analisis Logam*. Universitas PGRI Adi Buana.Surabaya.
- Feldsine, P., Abeyta, C. & Andrews, W.H. 2002. AOAC International methods committee guidelines for validation of qualitative and quantitative food microbiological official methods of analysis. *Journal of AOAC International*. 85(5): 1187-1200.
- Gao, P., Liu, S., Zhang, Z., Meng, P., Lin, N., Lu, B., Cui, F., Feng, Y. & Xing, B. 2014. *Health Impact of Bioaccessible Metal in Lip Cosmetics to Female College Students and Career Women, Northeast of China*. *Environmental Pollution*; 197. P:214-220.
- Harmita, H. 2004. Petunjuk pelaksanaan validasi metode dan cara perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*. Vol.1 (3) Hal. 117–135.
- Harper, A. A., and Shannon, M. W. 2007. Lead, other metals, and chelation therapy. *In Comprehensive Pediatric Hospital Medicine*. Mosby. P : 1127-1134.
- Heryando, P. 2008. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta: Rineka Cipta. Hal. 74-93.
- Heryando, P. 2012. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Hal. 74-93.
- Iman, A. S., Enazi, S. A., and Shinwari, N. 2009. "Assessment of lead in cosmetic products." *Regulatory toxicology and pharmacology* Vol. 54 (2) P : 105-113.
- Jahan, P. B., and Blackwell, K. 2011. Lips and Perioral Region Anatomy. *WebMD, LLC*. P : 1-6.

- Jaya, F., Guntarti, A. & Kamal, Z. 2013. Penetapan kadar Pb pada shampoo berbagai merk dengan metode spektrofotometri serapan atom. *Pharmaciana*, 3 (2). Hal: 9-13.
- Kadem, D. E. D., Rached, O., Krika, A., and Gheribi-Aoulmi, Z. 2004. Statistical analysis of vegetation incidence on contamination of soils by heavy metals (Pb, Ni and Zn) in the vicinity of an iron steel industrial plant in Algeria. *Environmetrics*, Vol.15 (5) P : 447-462.
- Kristian, S. H., and Suyanti, R. D. 2010. *Kimia Anorganik Logam*. Yogyakarta: Graha Ilmu.
- Matros, E., and Pribaz, J. J. 2014. Reconstruction of acquired lip deformities. *Grabb and Smith's Plastic Surgery. 7th ed. Philadelphia, PA: Wolters Kluwer/Lippincott Williams and Wilkins*. P : 372-383.
- Mukaromah A. H., and Maharani E. T. 2008. *Identifikasi Zat Warna Rhodamin B Pada Lipstik Berwarna Merah*. Universitas Muhamrnadiyah, Semarang.
- Manaheda, N. A., Arifiyana, D., &Amalia, A. R. (2019). Analisis Logam Berat Timbal (Pb) pada Kosmetik Lipstik Secara Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS) (Sampel Diambil dari Daerah Surabaya Pusat). *Akademi Farmasi Surabaya*.
- Musiam, S., & Alfian, R. (2017). *Validasi Metode Spektrofotometri UV pada Analisis Penetapan Kadar Asam Mefenamat dan Sediaan Tablet Generik*. Vol.2, (1), Hal.31-43.
- Nur, A., Nazliniwy., Danpurba., and Djandakita. 2012. Formulasi Lipstik Menggunakan Zat Warna Dari Ekstrak BungaKecombrang (Etlingeraelator (Jack) R.M.Sm), *Journal Of Pharmaceutics And Pharmacology*. Vol.1, (2) Hal. 87-94.
- Nursidika, P., Sugihartina, G., and Rismalasari. 2018. Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Lipstik yang diperjualbelikan di Pasar Minggu Kota Cimahi. *EduChemia*, Vol.3, No.2. DOI: 10.30870/educhemia.v3i2.3471.
- Nasifah, R. 2017. Analisis Kandungan Boraks Pada Lontong Dan Kue Lupis Yang Dijual Di Tiga Pasar Tradisional Kota Semarang. *Skripsi*. Analisis Kesehatan pada Fakultas Ilmu Keperawatan dan Kesehatan, Universitas Muhammadiyah. Semarang : Hal. 18.


- Pangaribuan, L. 2017. Efek Samping Kosmetik dan Penanganannya bagi Kaum Perempuan. *Jurnal Keluarga Sehat Sejahtera*. Vol 15 (2) Hal. 20-28.
- Peng, G *et al.* 2015. Health impact of bioaccessible metal in lip cosmetics to female college students and career women, northeast of China. *Environmental Pollution* 197, P : 214-220.
- Permenkes RI. No.1175/Menkes/Per/VIII/. 2010. *Tentang Izin Produksi Kosmetik*. Jakarta: MenKes RI.
- Raymond, R. C., Sheskey, P., and Quinn, M. 2009. *Handbook of pharmaceutical excipients*. Libros Digitales-Pharmaceutical Press.
- Riyanto. 2017. *Validasi & Verifikasi Metode Uji Sesuai dengan ISO 22716 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi (1st ed.)*. Yogyakarta: deepublish.
- Sa, L., Hammond, S. K., and Cheatham, A. R. 2013. Concentrations and potential health risks of metals in lip products. *Environmental Health Perspectives* Vol. 121 (6) P : 705-710.
- Sastiono, W., and Jusuf. 2008. *Efek Toksik Logam: Pencegahan dan Penanggulangan Pencemaran*. Andi Offset. Yogyakarta.
- Sölvason, G. Ó. and Foley, J. T. 2015. *Low-cost spectrometer for Icelandic chemistry education*. *Procedia CIRP*. 34 P: 156-161.
- Sripatundit, Y. 2013. *Spektrofotometri UV-Vis*. Jakarta: Erlangga.
- Suhartati, T. 2013. *Dasar-dasar Spektrofotometri UV-Vis dan Spektrometri Massa untuk Penentuan Struktur Senyawa Organik*. Lampung: Anugrah Utama Raharja. Hal 2-7; 11-12.
- Suhartati, T. 2017. *Dasar-dasar spektrofotometri UV-Vis dan spektrometri massa untuk penentuan struktur senyawa organik*. Bandar Lampung: Hal. 2-3.
- Sukorini, U., Nugroho, D. K., Rizki, M., and Hendrawan, P. J. B. 2010. Pemantapan Mutu Internal Laboratorium Klinik. *Kanalmedika dan Alfamedia*. Yogyakarta.
- Syafril, N. S., Dr. Ir. DEA, B. H., Oscandar, H. F, drg., MKes, SpRKG. 2017. Identifikasi Pola Sidik Bibir Menggunakan Metode Cbir Based On Gabor Wavelet dan Klasifikasi K-NN untuk Aplikasi bidang Forensik. *e-Proceeding of Engineering*. Vol.4, No.1. Hal. 527.

- Selpiana, E., Destiarti, L., Nurlina. 2016. Perbandingan Metode Penentuan Pb (II) Disungai Kapuas Secara Spektrofotometri UV-VIS Cara Kalibrasi Terpisah dan Adisi Standar. *JKK*. Vol. 5, No.1. Hal. 17-23.
- Tuslinah, L., Winarti, P., and Zustika, D. S. 2022. Validasi Metode Analisis Logam Timbal (Pb) Dalam Rumput Laut Menggunakan Metode Spektrofotometri Uv-Visible. *Jurnal Kesehatan Bakti Tunas Husada*. Vol 22, No 1. STIKES Bakti Tunas Husada, Tasikmalaya.
- Utomo, T. A. 2005. *Health Quotient Cerdas Kesehatan untuk Eksekutif. PT Grasido*. Jakarta.
- Vishwakarma, B., Sumeet, D., Kushagra, D., and Hemant, J. 2011. Formulation And Evaluation of Herbal Lipstick. *International Journal of Drug Discovery & Herbal Research*. 1 (1) P : 18-19.
- Wahyu, F. F., Elliyanti, A., and Reza, M. 2017. Analisis Kadar Timbal (Pb) Air Minum Isi Ulang pada Depot Air Minum (DAM) di Kecamatan Padang Timur Kota Padang Tahun 2017. *Jurnal Kesehatan Andalas* Vol.8.(3) Hal. 668-676.
- Wardani, E. 2013. *Pengaruh facial image, cosmetic usage pada brand personality dan brand attitude (studi pada mahasiswi Universitas Sebelas Maret Surakarta)*. Fokus Manajerial. Vol. 11, No.1. Hal. 41-57.
- Yusuf, B., Alimuddin., Nurliana, S. 2014. Analisa Pb<sup>2+</sup> pada Lobster (*Panulirus sp*) dengan Metode Adisi Standar Spektrofotometer UV-Vis Menggunakan Pengompleks Ditizon. *Jurnal Kimia Mulawarman* Vol. 11, No. 2 Hal. 57.
- Yatimah, D.Y. 2014. Analisis Cemar Logam Berat Kadmium dan Timbal Pada Beberapa Merek Lipstik yang Beredar di Daerah Ciputat dengan Menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Jakarta.

# LAMPIRAN 1

## SURAT IZIN PENELITIAN

### 1. Surat Izin Melaksanakan Penelitian

 **SEKOLAH TINGGI ILMU KESEHATAN DIRGAHAYU SAMARINDA**  
Jl. Pasundan No.21 Telp (0541) 748335, Fax.(0541) 748335  
E-mail: stikesdirgahayusamarinda@gmail.com Website: www.stikesdirgahayusamarinda.ac.id  
SAMARINDA - 75122 - KALIMANTAN TIMUR

Samarinda, 16 Februari 2023

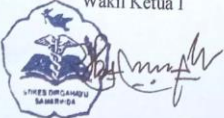
Nomor : 16S/STIKDS-Far/II/2023  
Perihal : Surat Izin Melaksanakan Penelitian


Dengan Hormat,

Yang bertandatangan di bawah ini, Wakil Ketua I dan Ketua Program Studi Farmasi STIKES Dirgahayu Samarinda, menyatakan bahwa mahasiswa/I,


Nama : Alberta Intan  
NIM : 191148201064  
Program Studi/Institusi : Farmasi / STIKES Dirgahayu Samarinda  
Judul Penelitian : Analisis Kandungan Logam Pb (II) Dalam Lipstik yang di Jual Secara Online di Kota Samarinda Menggunakan Spektrofotometri UV-Visible  
Tempat Penelitian : Laboratorium Kimia Farmasi STIKES Dirgahayu Samarinda  
Waktu Penelitian : Februari 2023 – Mei 2023

Telah memenuhi kaidah akademik dan diizinkan untuk melaksanakan penelitian skripsi.

Wakil Ketua I  
  
Bonifasius Hat, S.Kep., MSN.  
NIK. 0673.A4.08

Program Studi Farmasi  
  
apt. Liniati Geografi, M.Sc.  
NIK. 0419.A4.25

## 2. Surat Izin Penelitian di Laboratorium

 **SEKOLAH TINGGI ILMU KESEHATAN DIRGAHAYU SAMARINDA**  
Jl. Pasundan No.21 Telp (0541) 748335, Fax.(0541) 748335  
E-mail: stikesdirgahayusamarinda@gmail.com Website: www.stikesdirgahayusamarinda.ac.id  
SAMARINDA - 75122 - KALIMANTAN TIMUR

---


**FORM 1**

**SURAT IZIN PENELITIAN DI LABORATORIUM**

Kepala laboratorium STIKES Dirgahayu Samarinda dengan ini memberikan izin menggunakan laboratorium Farmasi untuk melaksanakan penelitian, kepada :

Nama : Alberta Intan  
NIM : 191148201064  
Judul Penelitian : Analisis Kandungan Logam Pb (II) Dalam Lipstik Yang Di Jual Secara Online Di Kota Samarinda Menggunakan Spektrofotometri *UV-Visible*  
Waktu Penelitian : Februari sampai dengan April 2023  
Dosen Pembimbing / Penanggung Jawab : 1. Nurillahi Febria Leswana, M.Sc  
2. Maria Elvina Tresia Butar-Butar, M.Farm  
Laboratorium : Kimia Farmasi STIKES Dirgahayu Samarinda

Samarinda, 20 Desember 2022  
Ka. Lab STIKES Dirgahayu Samarinda

  
Yovita Erin, S., M.Kes


Tembusan :

1. Laboran
2. Mahasiswa

## LAMPIRAN 2

### SURAT PA (*pro analysis*) BAHAN STANDAR

#### 1. Surat PA (*pro analysis*) Lead (II) Nitrat



### Certificate of Analysis

1.07398.0000 Lead(II) nitrate for analysis EMSURE® ACS, Reag. Ph Eur  
Batch K51636598

	Spec. Values		Batch Values	
Assay (complexometric)	≥ 99.5	%	99.5	%
Insoluble matter	≤ 0.005	%	≤ 0.005	%
Chloride (Cl)	≤ 0.0005	%	≤ 0.0005	%
Ca (Calcium)	≤ 0.005	%	≤ 0.005	%
Cu (Copper)	≤ 0.0005	%	≤ 0.0005	%
Fe (Iron)	≤ 0.0005	%	≤ 0.0005	%
K (Potassium)	≤ 0.005	%	≤ 0.005	%
Na (Sodium)	≤ 0.02	%	≤ 0.02	%

corresponds to ACS, Reag. Ph Eur

Date of release (DD.MM.YYYY) 08.08.2019  
Minimum shelf life (DD.MM.YYYY) 31.08.2024


Claudia Wiegand  
Responsible laboratory manager quality control

This document has been produced electronically and is valid without a signature.

Merck KGaA, Frankfurter Straße 250, 64293 Darmstadt (Germany): +49 6151 72-0  
EMD Millipore Corporation - a subsidiary of Merck KGaA, Darmstadt, Germany  
400 Summit Drive, Burlington, MA 01803, USA, Phone +1 (781) 533-6000  
SALSA Version 869191 /96000066543/ Date: 09.08.2019

Page 1 of 1

## 2. Surat PA (pro analysis) Reagen Alizarin Sulfonat



### Certificate of Analysis

---

1.06278.0000 Alizarin red S mono sodiumsulfate (C.I. 58005) for analysis and indicator  
 Batch K52199978

---

	Spec. Values		Batch Values
Identity (UV/VIS-Spectrum)	passes test		passes test
1st transition range	pH 4.3 - pH 6.3 Lightly yellow - pink		passes test
2nd transition range	pH 9.4 - pH 12.0 Brown orange - violet		passes test
Absorption maximum $\lambda$ 1 (buffer pH 4.3)	418 - 424 nm		418 - 424 nm
Absorption maximum $\lambda$ 2 (buffer pH 6.3)	510 - 517 nm		510 - 517 nm
Absorption maximum $\lambda$ 3 (buffer pH 9.4)	444 - 450 nm		444 - 450 nm
Absorption maximum $\lambda$ 4 (buffer pH 12.0)	554 - 558 nm		554 - 558 nm
Spec. Absorptivity A 1%/1cm ( $A_{1,max}$ ; 0.01 g/l; buffer pH 4.3; calc. on dried substance)	135 - 180		161
Spec. Absorptivity A 1%/1cm ( $A_{2,max}$ ; 0.01 g/l; buffer pH 6.3; calc. on dried substance)	145 - 210		171
Spec. Absorptivity A 1%/1cm ( $A_{3,max}$ ; 0.01 g/l; buffer pH 9.4; calc. on dried substance)	170 - 230		198
Spec. Absorptivity A 1%/1cm ( $A_{4,max}$ ; 0.01 g/l; buffer pH 12.0; calc. on dried substance)	340 - 520		415
Loss on drying (110 °C)	≤ 10 %		6 %

Date of release (DD.MM.YYYY) 13.02.2020  
 Minimum shelf life (DD.MM.YYYY) 28.02.2025

Dr. Michael Memmel  
 Responsible laboratory manager quality control

This document has been produced electronically and is valid without a signature.

Merck KGaA, Frankfurter Straße 250, 64293 Darmstadt (Germany): +49 6151 72-0  
 EMD Millipore Corporation - a subsidiary of Merck KGaA, Darmstadt, Germany  
 400 Summit Drive, Burlington, MA 01803, USA, Phone +1 (781) 533-6000  
SALSA Version 926993 /990000720437// Date: 13.02.2020

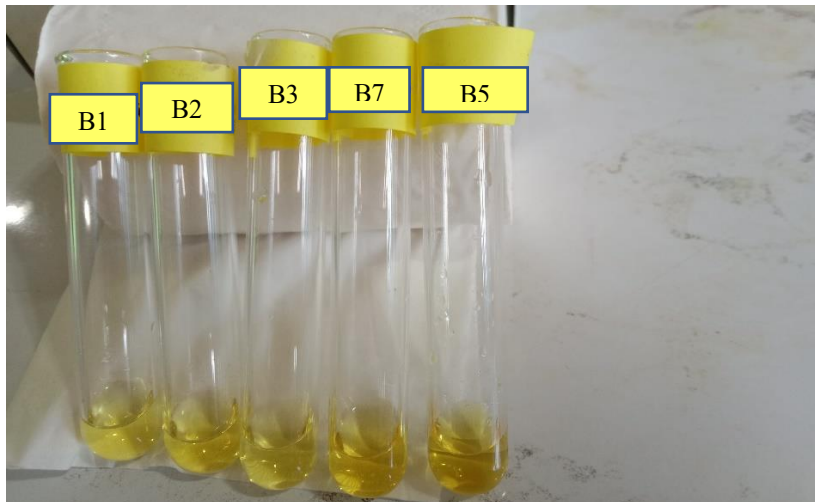
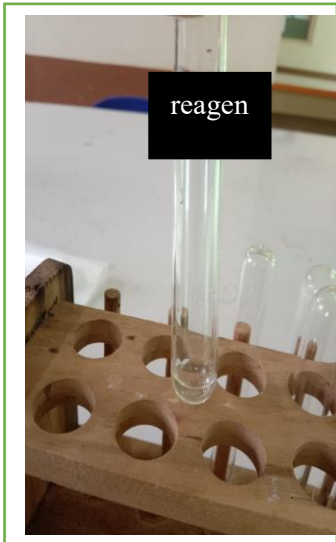
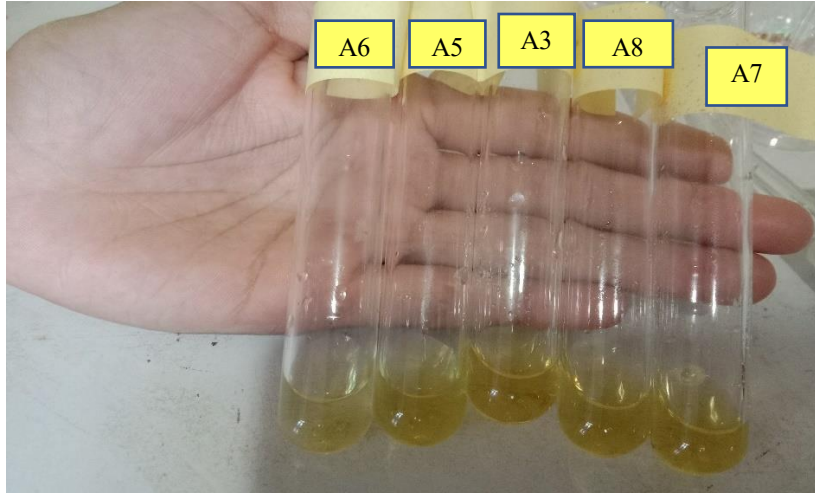
Page 1 of 1

### LAMPIRAN 3

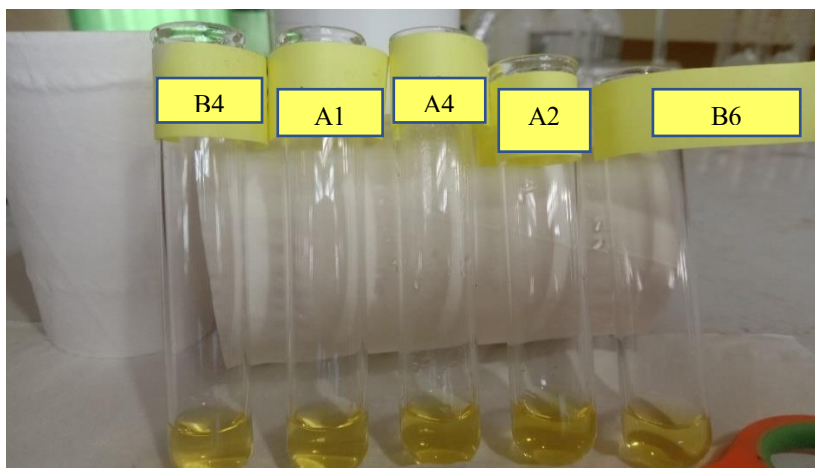
## GAMBAR HASIL UJI KUALITATIF SAMPEL

Kontrol Positif  
Pb (II)

1. Sampel + KI 0,5 N



Kontrol Negatif  
Pb (II)



## LAMPIRAN 4 HASIL UJI KUANTITATIF SAMPEL

### 1. Hasil Uji Stabilitas pH dan *Operating Time*

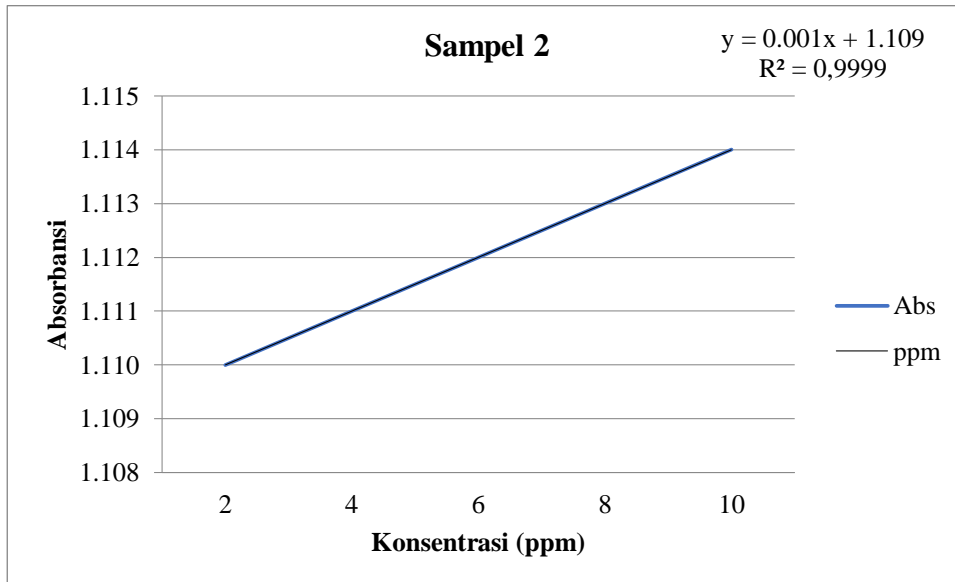
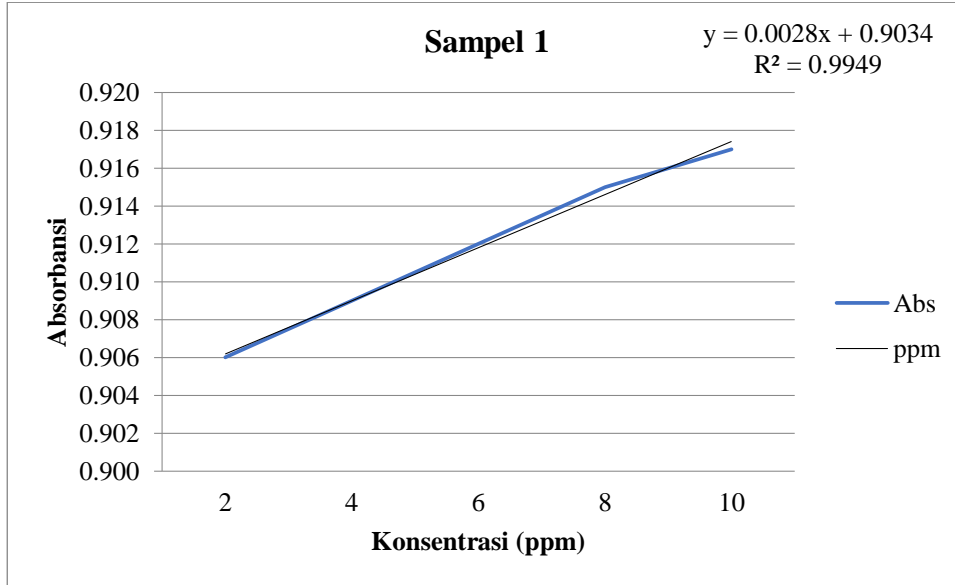
No	Sample ID	User Name	Date and Time	423,2 nm (Abs)
1	6ppm PH3 "0"	Intan	25/05/2023 10:36:37	0,409
2	6ppm PH3 "5"	Intan	25/05/2023 10:41:51	0,414
3	6ppm PH3 "10"	Intan	25/05/2023 10:47:10	0,416
4	6ppm PH3 "15"	Intan	25/05/2023 10:52:33	0,417
5	6ppm PH3 "20"	Intan	25/05/2023 10:57:44	0,418
6	6ppm PH3 "25"	Intan	25/05/2023 11:02:51	0,419
7	6ppm PH3 "30"	Intan	25/05/2023 11:08:03	0,419
8	6ppm PH3 "35"	Intan	25/05/2023 11:13:05	0,419
9	6ppm PH3 "40"	Intan	25/05/2023 11:18:23	0,419
10	6ppm PH3 "45"	Intan	25/05/2023 11:23:29	0,420
11	6ppm PH3 "50"	Intan	25/05/2023 11:28:36	0,420

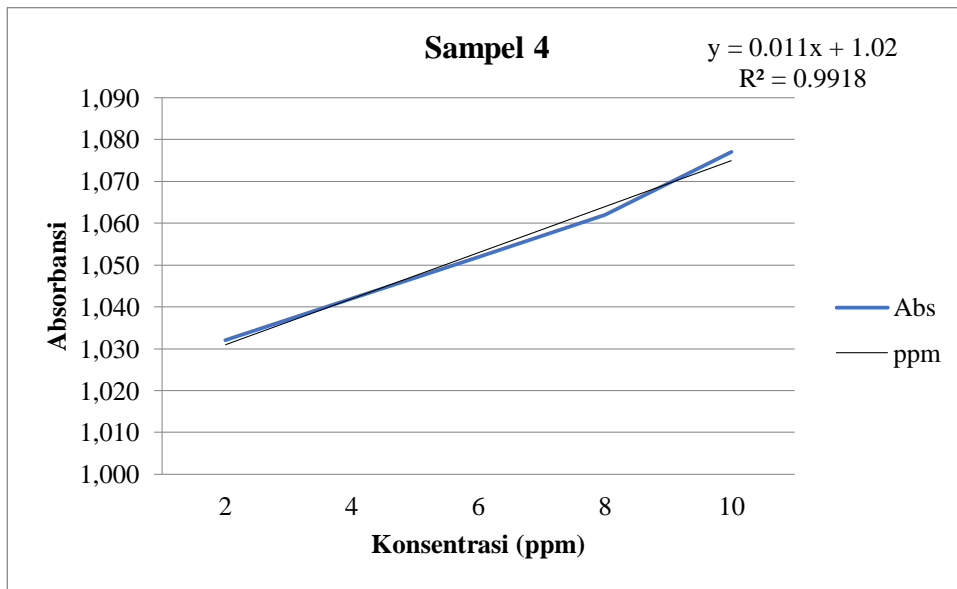
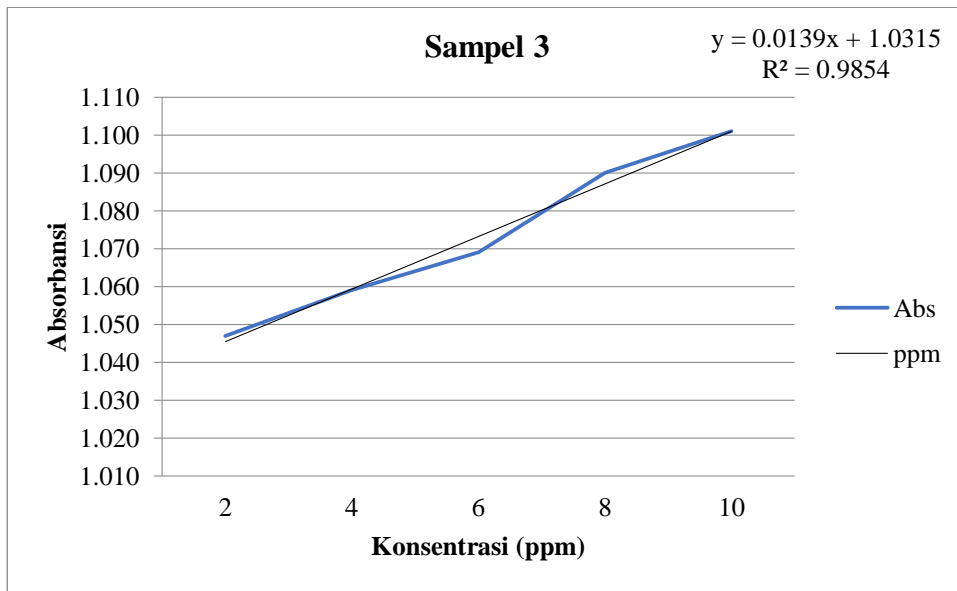
### 2. Gambar Larutan Stabilitas pH

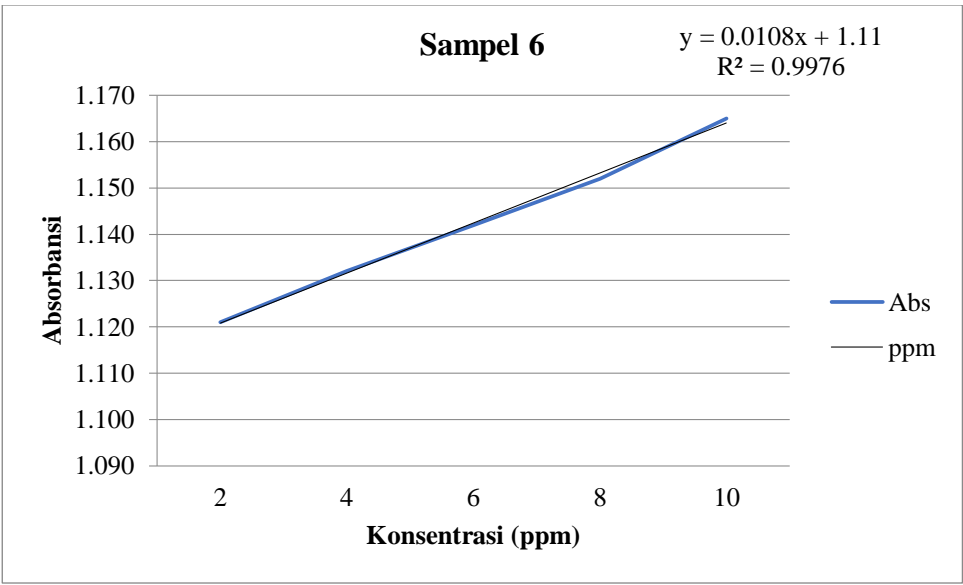
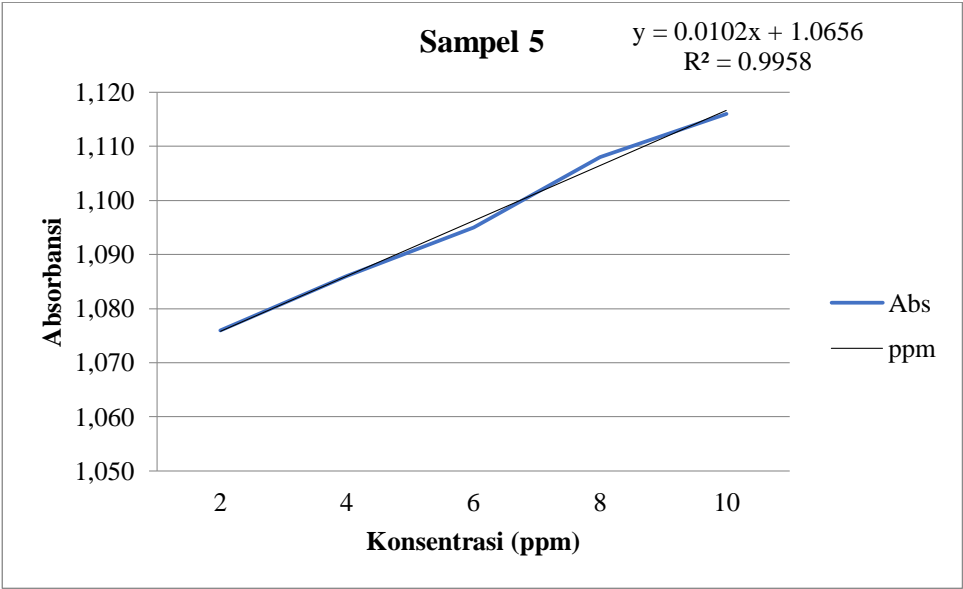


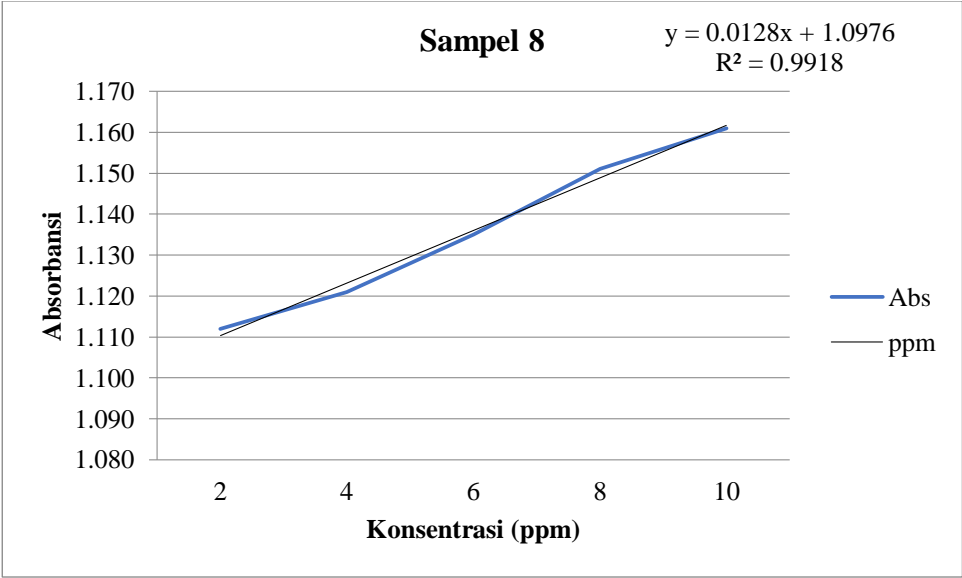
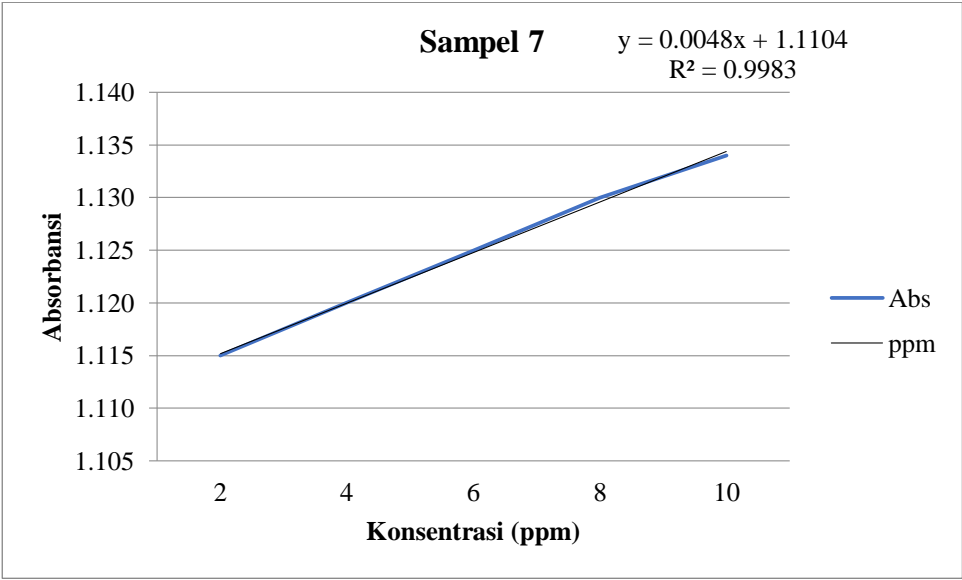
## LAMPIRAN 5

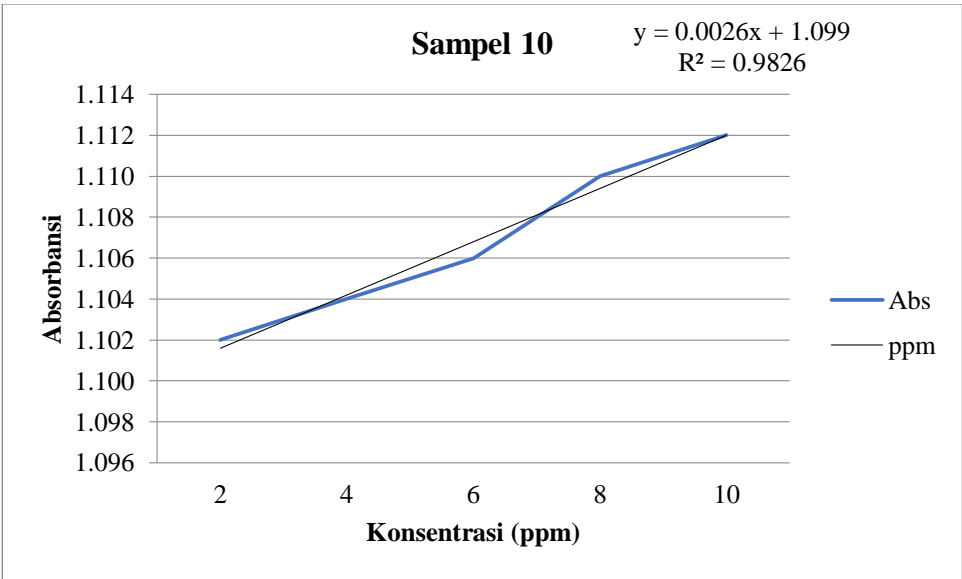
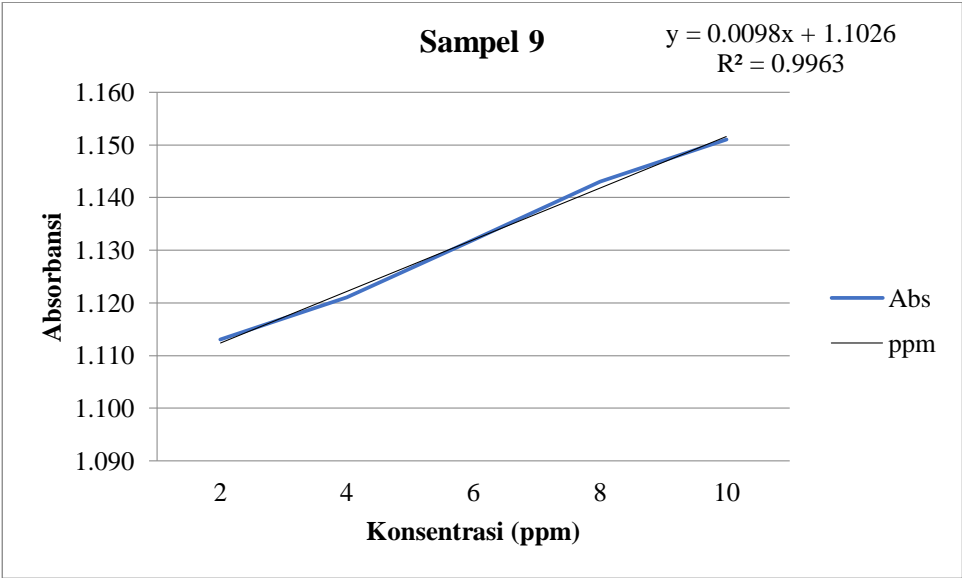
### KURVA KALIBRASI SAMPEL

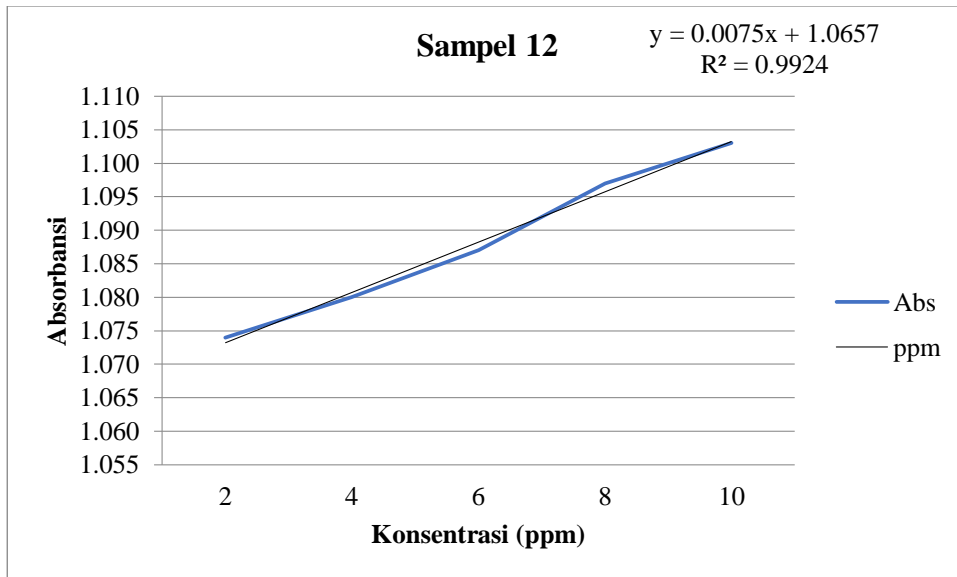
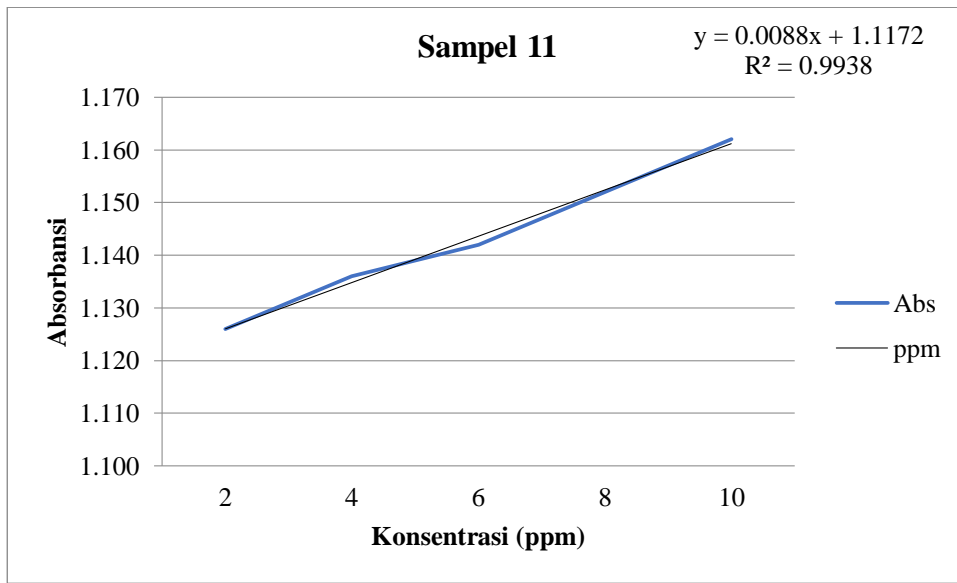


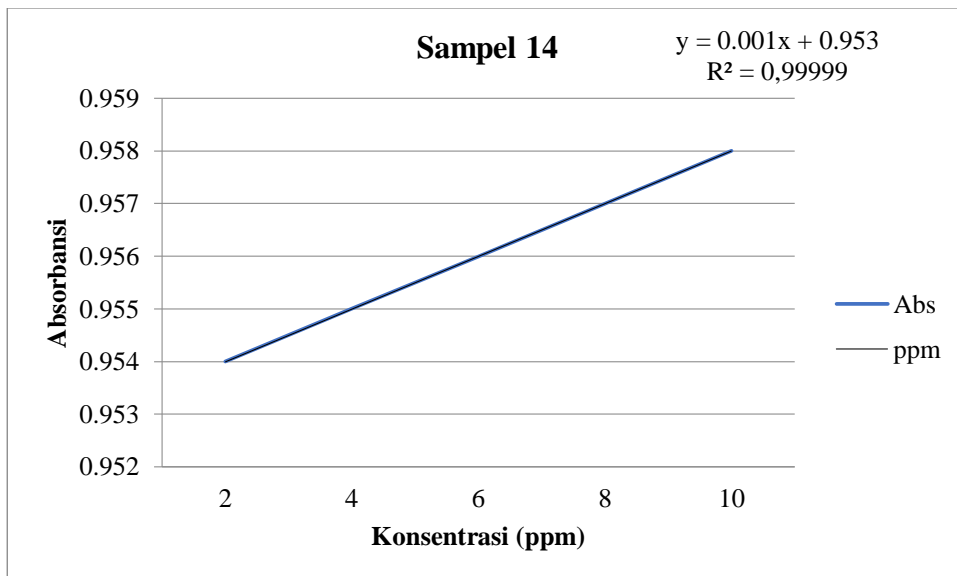
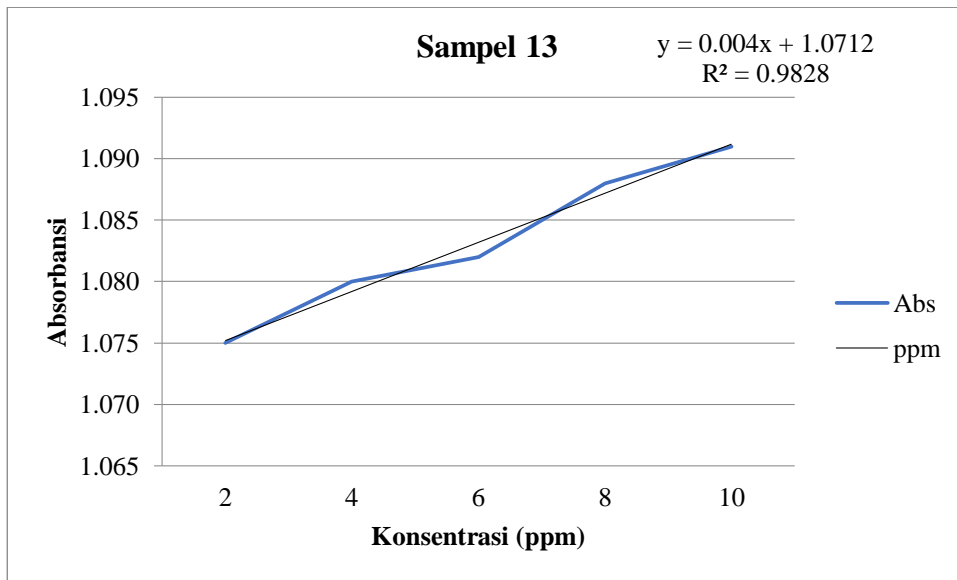


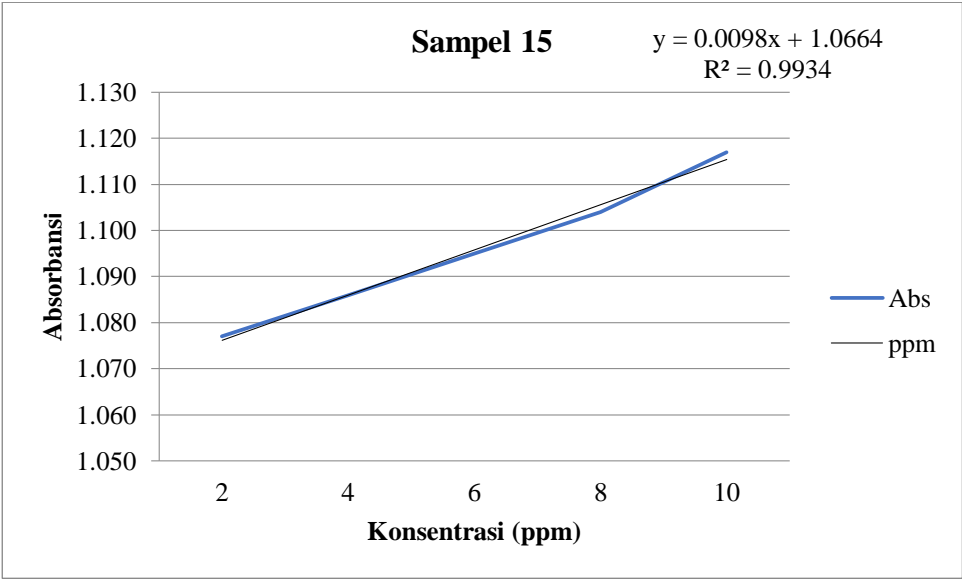












## LAMPIRAN 6

### HASIL PERHITUNGAN KADAR SAMPEL

1. Perhitungan Kadar Pb (II) dalam Sampel A1

Perhitungan ke mg/Kg

$$\frac{0,90 \times 5}{0,002 \times 10 \text{ mL}} = \frac{0,45}{0,02} = 22,5 \text{ ppm (mg/L)}$$

$$= 22,5 \times 10^{-3}$$

$$= 0,225 \text{ mg/mL} \times 15 \text{ mL}$$

$$= 3,375 \text{ mg dalam 1000 mg}$$

$$= \frac{3,375 \text{ mg}}{1000 \text{ mg}} \times 1000 = 3,375 \text{ mg/kg}$$

$$= \frac{3,375 \text{ mg}}{1000 \text{ mg}} \times 1000 = 3,375 \text{ mg/kg}$$

2. Perhitungan Kadar Pb (II) dalam Sampel A2

Perhitungan ke mg/Kg

$$\frac{1,10 \times 5}{0,001 \times 10 \text{ mL}} = \frac{5,5}{0,01} = 550 \text{ ppm (mg/L)}$$

$$= 550 \times 10^{-3}$$

$$= 0,550 \text{ mg/mL} \times 15 \text{ mL}$$

$$= 8,25 \text{ mg dalam 1000 mg}$$

$$= \frac{8,25 \text{ mg}}{1000 \text{ mg}} \times 1000 = 8,25 \text{ mg/kg}$$

$$= \frac{8,25 \text{ mg}}{1000 \text{ mg}} \times 1000 = 8,25 \text{ mg/kg}$$

3. Perhitungan Kadar Pb (II) dalam Sampel A3

Perhitungan ke mg/Kg

$$\frac{1,03 \times 5}{0,01 \times 10 \text{ mL}} = \frac{5,15}{0,1} = 51,5 \text{ ppm (mg/L)}$$

$$= 51,5 \times 10^{-3}$$

$$= 0,515 \text{ mg/mL} \times 15 \text{ mL}$$

$$= 7,725 \text{ mg dalam 1000 mg}$$

$$= \frac{7,725 \text{ mg}}{1000 \text{ mg}} \times 1000 = 7,725 \text{ mg/kg}$$

$$= \frac{7,725 \text{ mg}}{1000 \text{ mg}} \times 1000 = 7,725 \text{ mg/kg}$$

4. Perhitungan Kadar Pb (II) dalam Sampel A4

Perhitungan ke mg/Kg

$$\frac{1,02 \times 5}{0,011 \times 10 \text{ mL}} = \frac{5,1}{0,11} = 46,363 \text{ ppm (mg/L)}$$

$$= 46,363 \times 10^{-3}$$

$$= 0,463 \text{ mg/mL} \times 15 \text{ mL}$$

$$= 6,945 \text{ mg dalam 1000 mg}$$

$$= \frac{6,945 \text{ mg}}{1000 \text{ mg}} \times 1000 = 6,945 \text{ mg/kg}$$

$$= \frac{6,945 \text{ mg}}{1000 \text{ mg}} \times 1000 = 6,945 \text{ mg/kg}$$

5. Perhitungan Kadar Pb (II) dalam Sampel A5

Perhitungan ke mg/Kg

$$\begin{aligned} \frac{1,06 \times 5}{0,01 \times 10 \text{ mL}} &= \frac{5,3}{0,1} = 53 \text{ ppm (mg/L)} \\ &= 53 \times 10^{-3} \\ &= 0,053 \text{ mg/mL} \times 15 \text{ mL} \\ &= 0,795 \text{ mg dalam 1000 mg} \\ &= \frac{0,795 \text{ mg}}{1000 \text{ mg}} \times 1000 = 0,795 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

6. Perhitungan Kadar Pb (II) dalam Sampel A6

Perhitungan ke mg/Kg

$$\begin{aligned} \frac{1,11 \times 5}{0,010 \times 10 \text{ mL}} &= \frac{5,55}{0,1} = 55,5 \text{ ppm (mg/L)} \\ &= 55,5 \times 10^{-3} \\ &= 0,555 \text{ mg/mL} \times 15 \text{ mL} \\ &= 8,325 \text{ mg dalam 1000 mg} \\ &= \frac{8,325 \text{ mg}}{1000 \text{ mg}} \times 1000 = 8,325 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

7. Perhitungan Kadar Pb (II) dalam Sampel A7

Perhitungan ke mg/Kg

$$\begin{aligned} \frac{1,11 \times 5}{0,004 \times 10 \text{ mL}} &= \frac{5,55}{0,04} = 138,75 \text{ ppm (mg/L)} \\ &= 138,75 \times 10^{-3} \\ &= 13,8 \text{ mg/mL} \times 15 \text{ mL} \\ &= 207 \text{ mg dalam 1000 mg} \\ &= \frac{207 \text{ mg}}{1000 \text{ mg}} \times 1000 = 207 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

8. Perhitungan Kadar Pb (II) dalam Sampel A8

Perhitungan ke mg/Kg

$$\begin{aligned} \frac{1,09 \times 5}{0,01 \times 10 \text{ mL}} &= \frac{5,45}{0,1} = 54,5 \text{ ppm (mg/L)} \\ &= 54,5 \times 10^{-3} \\ &= 0,545 \text{ mg/mL} \times 15 \text{ mL} \\ &= 8,175 \text{ mg dalam 1000 mg} \\ &= \frac{8,175 \text{ mg}}{1000 \text{ mg}} \times 1000 = 8,175 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

9. Perhitungan Kadar Pb (II) dalam Sampel B1

Perhitungan ke mg/Kg

$$\begin{aligned} \frac{1,10 \times 5}{0,009 \times 10 \text{ mL}} &= \frac{5,5}{0,09} = 61,11 \text{ ppm (mg/L)} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
&= 61,11 \times 10^{-3} \\
&= 6,11 \text{ mg/mL} \times 15 \text{ mL} \\
&= 91,65 \text{ mg dalam } 1000 \text{ mg} \\
&= \frac{91,65 \text{ mg}}{1000 \text{ mg}} \times 1000 = 91,65 \text{ mg/kg}
\end{aligned}$$

10. Perhitungan Kadar Pb (II) dalam Sampel B2

Perhitungan ke mg/Kg

$$\frac{1,09 \times 5}{0,002 \times 10 \text{ mL}} = \frac{5,45}{0,02} = 272,5 \text{ ppm (mg/L)}$$

$$\begin{aligned}
&= 272,5 \times 10^{-3} \\
&= 2,72 \text{ mg/mL} \times 15 \text{ mL} \\
&= 40,8 \text{ mg dalam } 1000 \text{ mg} \\
&= \frac{40,8 \text{ mg}}{1000 \text{ mg}} \times 1000 = 40,8 \text{ mg/kg}
\end{aligned}$$

11. Perhitungan Kadar Pb (II) dalam Sampel B3

Perhitungan ke mg/Kg

$$\frac{1,11 \times 5}{0,008 \times 10 \text{ mL}} = \frac{5,55}{0,08} = 69,375 \text{ ppm (mg/L)}$$

$$\begin{aligned}
&= 69,375 \times 10^{-3} \\
&= 6,93 \text{ mg/mL} \times 15 \text{ mL} \\
&= 103,95 \text{ mg dalam } 1000 \text{ mg} \\
&= \frac{103,95 \text{ mg}}{1000 \text{ mg}} \times 1000 = 103,95 \text{ mg/kg}
\end{aligned}$$

12. Perhitungan Kadar Pb (II) dalam Sampel B4

Perhitungan ke mg/Kg

$$\frac{1,06 \times 5}{0,007 \times 10 \text{ mL}} = \frac{5,3}{0,07} = 75,714 \text{ ppm (mg/L)}$$

$$\begin{aligned}
&= 75,714 \times 10^{-3} \\
&= 7,57 \text{ mg/mL} \times 15 \text{ mL} \\
&= 113,55 \text{ mg dalam } 1000 \text{ mg} \\
&= \frac{113,55 \text{ mg}}{1000 \text{ mg}} \times 1000 = 113,55 \text{ mg/kg}
\end{aligned}$$

13. Perhitungan Kadar Pb (II) dalam Sampel B5

Perhitungan ke mg/Kg

$$\frac{1,07 \times 5}{0,004 \times 10 \text{ mL}} = \frac{5,35}{0,04} = 133,75 \text{ ppm (mg/L)}$$

$$\begin{aligned}
&= 133,75 \times 10^{-3} \\
&= 13,3 \text{ mg/mL} \times 15 \text{ mL} \\
&= 199,5 \text{ mg dalam } 1000 \text{ mg} \\
&= \frac{199,5 \text{ mg}}{1000 \text{ mg}} \times 1000 = 199,5 \text{ mg/kg}
\end{aligned}$$

14. Perhitungan Kadar Pb (II) dalam Sampel B6

Perhitungan ke mg/Kg

$$\frac{0,95 \times 5}{0,001 \times 10 \text{ mL}} = \frac{4,75}{0,1} = 47,5 \text{ ppm (mg/L)}$$

$$= 47,5 \times 10^{-3}$$

$$= 0,475 \text{ mg/mL} \times 15 \text{ mL}$$

$$= 7,125 \text{ mg dalam } 1000 \text{ mg}$$

$$= \frac{7,125 \text{ mg}}{1000 \text{ mg}} \times 1000 = 7,125 \text{ mg/kg}$$

$$= \frac{7,125 \text{ mg}}{1000 \text{ mg}} \times 1000 = 7,125 \text{ mg/kg}$$

15. Perhitungan Kadar Pb (II) dalam Sampel B7

Perhitungan ke mg/Kg

$$\frac{1,06 \times 5}{0,001 \times 10 \text{ mL}} = \frac{5,3}{0,01} = 530 \text{ ppm (mg/L)}$$

$$= 530 \times 10^{-3}$$

$$= 0,530 \text{ mg/mL} \times 15 \text{ mL}$$

$$= 7,95 \text{ mg dalam } 1000 \text{ mg}$$

$$= \frac{7,95 \text{ mg}}{1000 \text{ mg}} \times 1000 = 7,95 \text{ mg/kg}$$

$$= \frac{7,95 \text{ mg}}{1000 \text{ mg}} \times 1000 = 7,95 \text{ mg/kg}$$

$$= 7,95 \text{ mg/kg}$$

*Catatan : 5 adalah faktor pengenceran, 0,015 L → 15 mL adalah banyaknya pelarut sampel destruksi, dan 1000 mg → 1 gram adalah jumlah penimbangan sampel.*

## PERHITUNGAN UJI AKURASI

Konsentrasi 25 ppm

$$\begin{aligned}y &= 0.5207x + 0.1047 \\ &= 4,973 \text{ ppm} \times 5 \text{ (FP)} = 24,86 \text{ ppm} \\ &= \frac{24,86 \text{ ppm} - 0}{25 \text{ ppm}} \times 100\% = 99,2 \%\end{aligned}$$

Konsentrasi 50 ppm

$$\begin{aligned}y &= 0.0757x + 0.7477 \\ &= 9,877 \text{ ppm} \times 5 = 49,38 \text{ ppm} \\ &= \frac{49,38 \text{ ppm} - 0}{50 \text{ ppm}} \times 100 \% = 98,76 \%\end{aligned}$$

Konsentrasi 125 ppm

$$\begin{aligned}y &= 0.0097x + 1.1357 \\ &= 126,18 \text{ ppm} \\ &= \frac{126,18 \text{ ppm} - 0}{125 \text{ ppm}} \times 100 \% = 100,94 \%\end{aligned}$$

## PERHITUNGAN UJI PRESISI

Perhitungan dalam mg/kg

Sampel 1

Replikasi 1

$$\begin{aligned}\frac{0.9017 \times 5}{0.0033 \times 10 \text{ mL}} &= \frac{4,508}{0,033} = 136,606 \text{ ppm (mg/L)} \\ &= 136,606 \times 10^{-3} \\ &= 136 \text{ mg/mL} \times 15 \text{ mL} \\ &= 2.040 \text{ mg dalam } 1000 \text{ mg} \\ &= \frac{2.040 \text{ mg}}{1000 \text{ mg}} \times 1000 = 2.040 \text{ mg/kg}\end{aligned}$$

Replikasi 2

$$\begin{aligned}\frac{0.9017 \times 5}{0.0033 \times 10 \text{ mL}} &= \frac{4,508}{0,033} = 136,606 \text{ ppm (mg/L)} \\ &= 136,606 \times 10^{-3} \\ &= 136 \text{ mg/mL} \times 15 \text{ mL} \\ &= 2.040 \text{ mg dalam } 1000 \text{ mg} \\ &= \frac{2.040 \text{ mg}}{1000 \text{ mg}} \times 1000 = 2.040 \text{ mg/kg}\end{aligned}$$

Replikasi 3

$$\begin{aligned}\frac{0.9022 \times 5}{0.0032 \times 10 \text{ mL}} &= \frac{4,511}{0,032} = 140,968 \text{ ppm (mg/L)} \\ &= 140,968 \times 10^{-3}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
&= 140 \text{ mg/mL} \times 15 \text{ mL} \\
&= 2.100 \text{ mg dalam } 1000 \text{ mg} \\
&= \frac{2.100 \text{ mg}}{1000 \text{ mg}} \times 1000 = 2.100 \text{ mg/kg}
\end{aligned}$$

Sampel 2

Replikasi 1

$$\begin{aligned}
\frac{1.0712 \times 5}{0.004 \times 10 \text{ mL}} &= \frac{5,356}{0,04} = 133,9 \text{ ppm (mg/L)} \\
&= 133,9 \times 10^{-3} \\
&= 1,339 \text{ mg/mL} \times 15 \text{ mL} \\
&= 20,085 \text{ mg dalam } 1000 \text{ mg} \\
&= \frac{20,085 \text{ mg}}{1000 \text{ mg}} \times 1000 = 20,085 \text{ mg/kg}
\end{aligned}$$

Replikasi 2

$$\begin{aligned}
\frac{1.0712 \times 5}{0.004 \times 10 \text{ mL}} &= \frac{5,356}{0,04} = 133,9 \text{ ppm (mg/L)} \\
&= 133,9 \times 10^{-3} \\
&= 1,339 \text{ mg/mL} \times 15 \text{ mL} \\
&= 20,085 \text{ mg dalam } 1000 \text{ mg} \\
&= \frac{20,085 \text{ mg}}{1000 \text{ mg}} \times 1000 = 20,085 \text{ mg/kg}
\end{aligned}$$

Replikasi 3

$$\begin{aligned}
\frac{1.0706 \times 5}{0.004 \times 10 \text{ mL}} &= \frac{5,353}{0,04} = 133,8 \text{ ppm (mg/L)} \\
&= 1,338 \times 10^{-3} \\
&= 133 \text{ mg/mL} \times 15 \text{ mL} \\
&= 20,07 \text{ mg dalam } 1000 \text{ mg} \\
&= \frac{20,07 \text{ mg}}{1000 \text{ mg}} \times 1000 = 20,070 \text{ mg/kg}
\end{aligned}$$

Sampel 3

Replikasi 1

$$\begin{aligned}
\frac{1.1039 \times 5}{0.0093 \times 10 \text{ mL}} &= \frac{5,519}{0,093} = 59,344 \text{ ppm (mg/L)} \\
&= 59,344 \times 10^{-3} \\
&= 59 \text{ mg/mL} \times 15 \text{ mL} \\
&= 885 \text{ mg dalam } 1000 \text{ mg} \\
&= \frac{885 \text{ mg}}{1000 \text{ mg}} \times 1000 = 885 \text{ mg/kg}
\end{aligned}$$

Replikasi 2

$$\frac{1.1015 \times 5}{0.0101 \times 10 \text{ mL}} = \frac{5,507}{0,101} = 54,524 \text{ ppm (mg/L)}$$

$$0.0101 \times 10 \text{ mL} \quad 0,101$$

$$= 54,524 \times 10^{-3}$$

$$= 54 \text{ mg/mL} \times 15 \text{ mL}$$

$$= 810 \text{ mg dalam } 1000 \text{ mg}$$

$$= \frac{810 \text{ mg}}{1000 \text{ mg}} \times 1000 = 810 \text{ mg/kg}$$

Replikasi 3

$$\frac{1.1023 \times 5}{0.0103 \times 10 \text{ mL}} = \frac{5,511}{0,103} = 53,504 \text{ ppm (mg/L)}$$

$$0.0103 \times 10 \text{ mL} \quad 0,103$$

$$= 53,504 \times 10^{-3}$$

$$= 53 \text{ mg/mL} \times 15 \text{ mL}$$

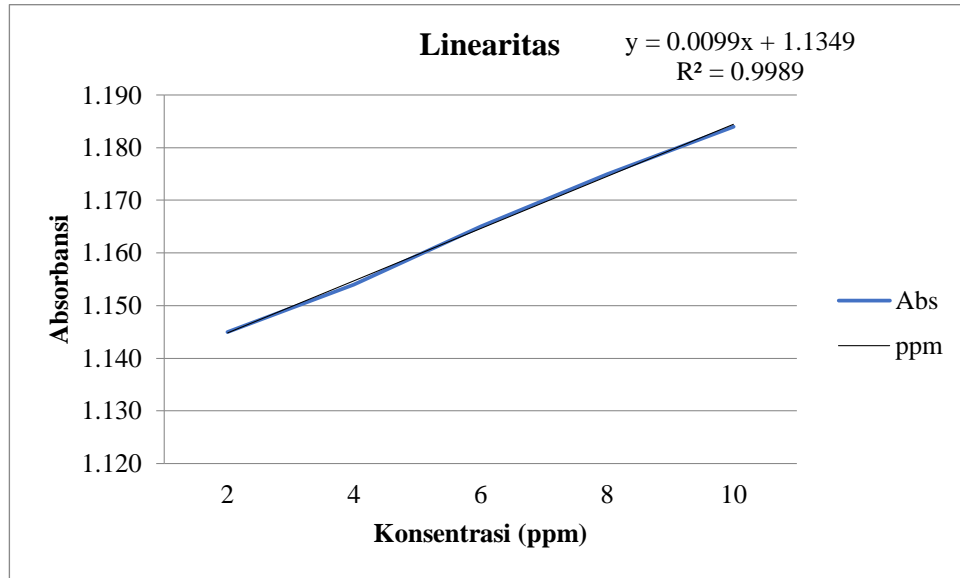
$$= 795 \text{ mg dalam } 1000 \text{ mg}$$

$$= \frac{795 \text{ mg}}{1000 \text{ mg}} \times 1000 = 795 \text{ mg/kg}$$

## LAMPIRAN 6

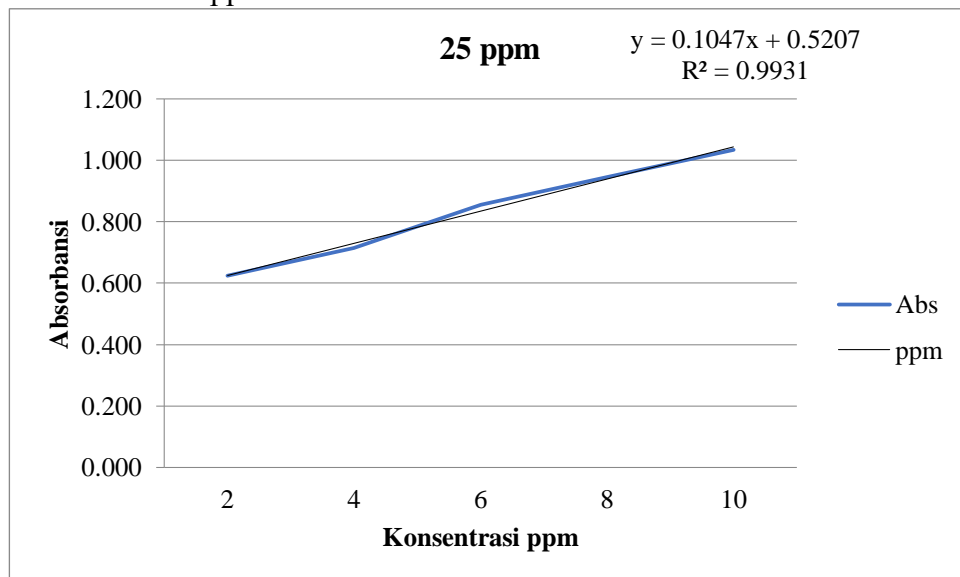
### HASIL UJI VALIDASI METODE

#### 1. Linearitas

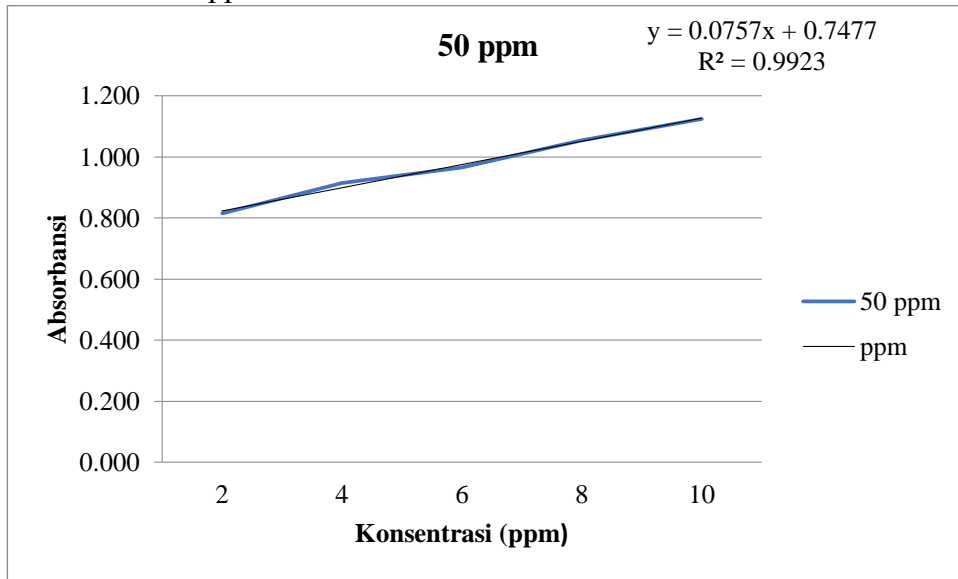


#### 2. Uji Akurasi

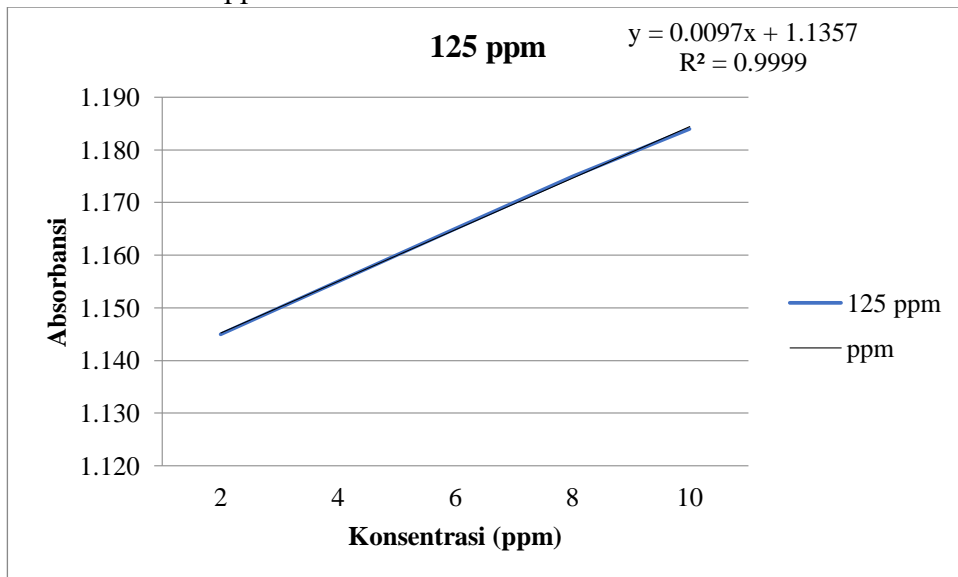
Konsentrasi 25 ppm



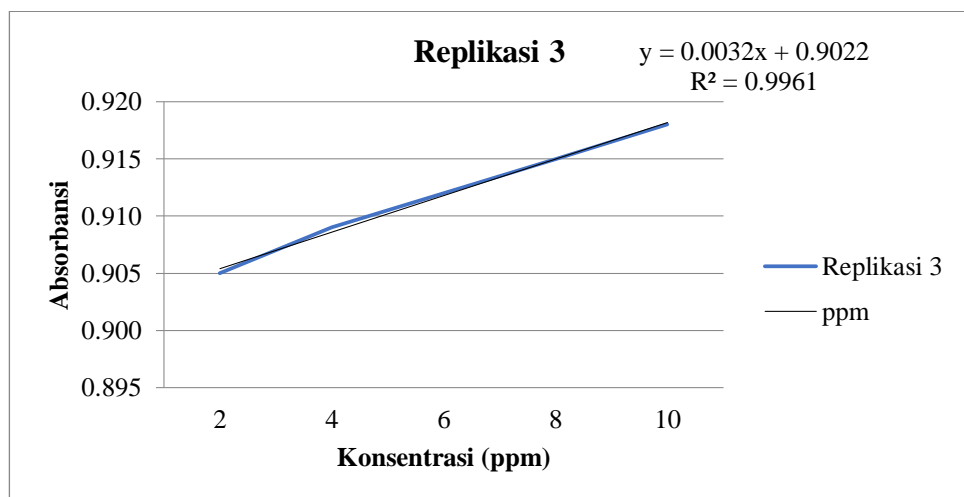
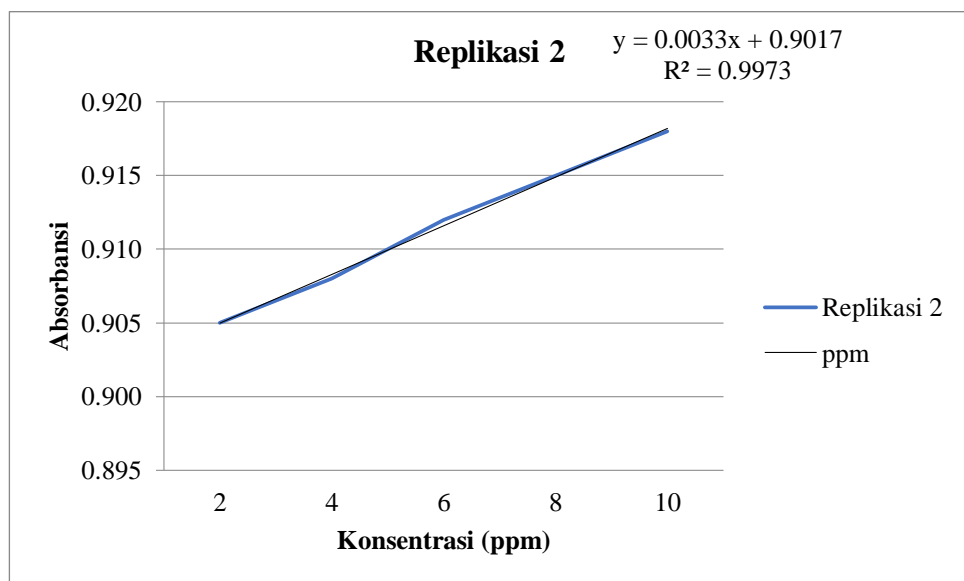
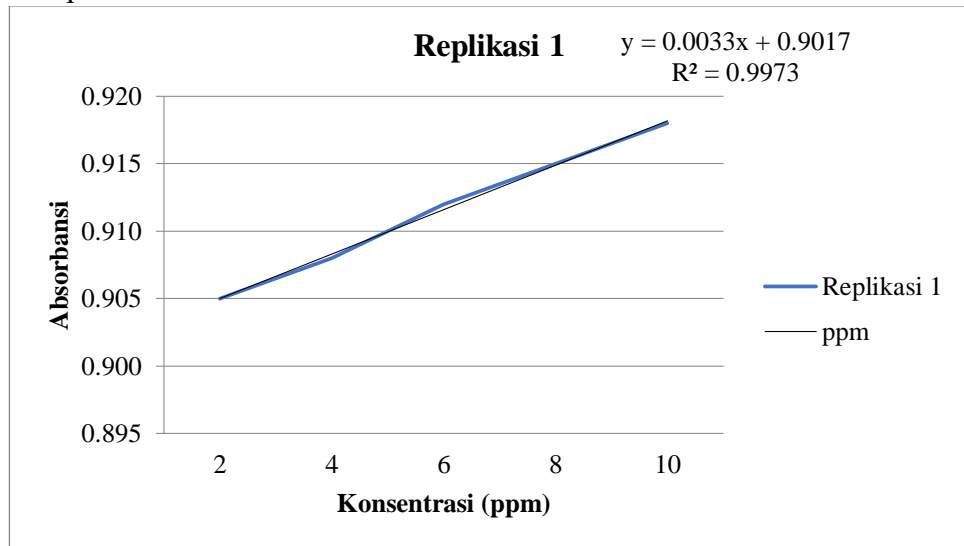
Konsentrasi 50 ppm



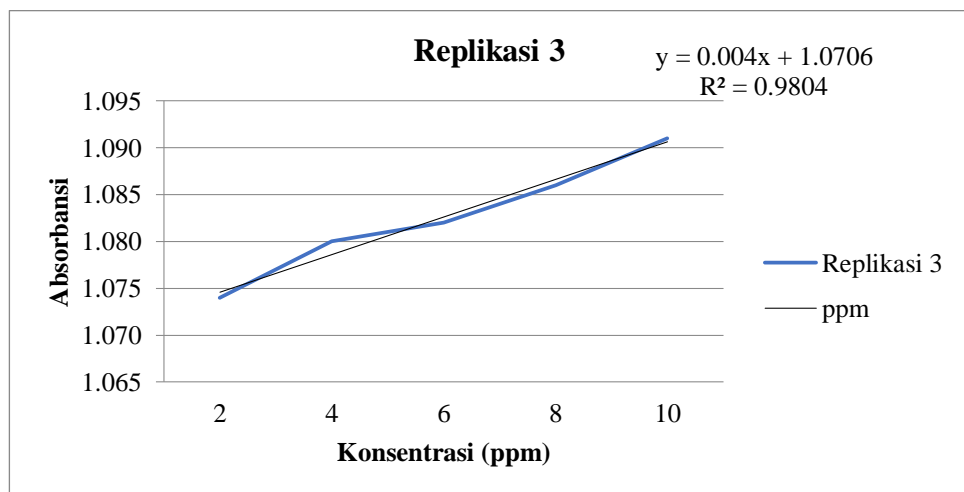
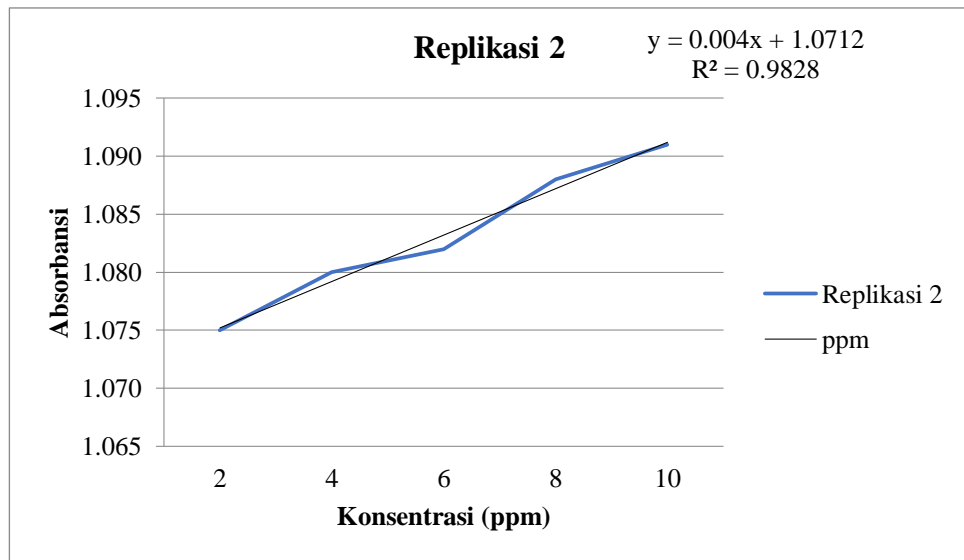
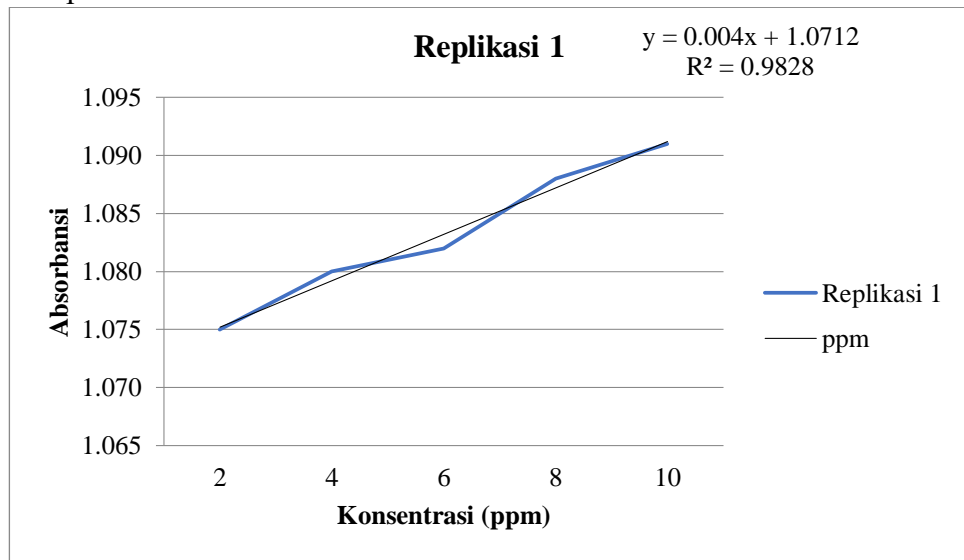
Konsentrasi 125 ppm



3. Uji Presisi  
Sampel 1



Sampel 2



Sampel 3

