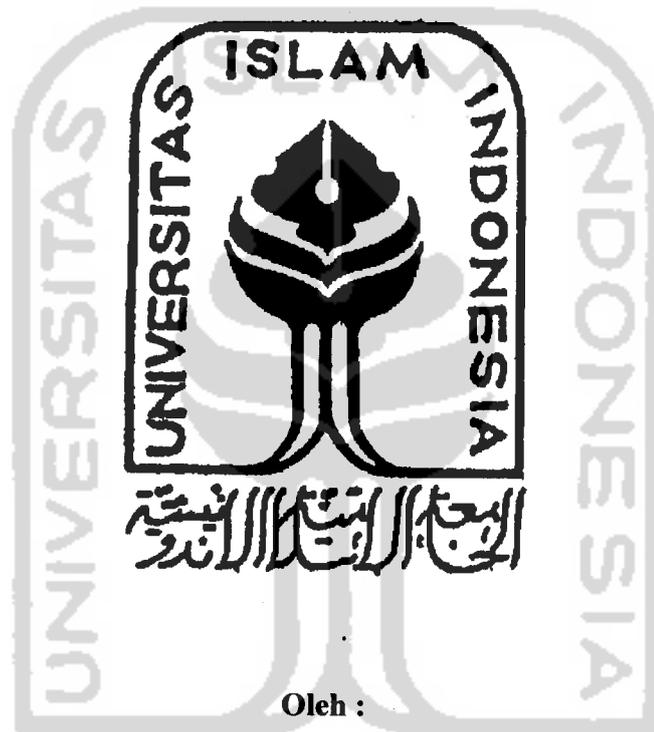


**ANALISIS ZAT PEWARNA
PADA LIPSTIK TANPA NOMOR REGISTER
DENGAN METODE KLT - DENSITOMETRI**

SKRIPSI



Oleh :

**IKA KURNIAWATI
00 613 041**

**JURUSAN FARMASI
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
JOGJAKARTA
SEPTEMBER 2004**

SKRIPSI

ANALISIS ZAT PEWARNA PADA LIPSTIK TANPA NOMOR REGISTER DENGAN METODE KLT – DENSITOMETRI

Oleh:

IKA KURNIAWATI
00 613 041

Telah dipertahankan dihadapan Panitia Penguji Skripsi
Jurusan Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia

Tanggal: 22 September 2004

Ketua Penguji,


Endang Lukitaningsih, M.Si. Apt

Anggota penguji,



Riyanto, M.Si

Anggota penguji,

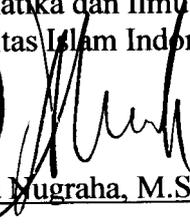


Dra. Suparmi, M.Si, Apt

Mengetahui

Dehan  Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia




Waka Nugraha, M.Si

HALAMAN PERSEMBAHAN

Al Qur'an itu adalah ayat yang nyata dan jelas terutama
di dada orang yang punya ilmu

(Q.S Al 'Ankabut : 49)

Akal dan belajar itu seperti raga dan jiwa, tanpa raga,
jiwa hanyalah udara hampa, tanpa jiwa, raga adalah
kerangka tanpa makna

(Khalil Gibran)



Skripsi ini kupersembahkan untuk :

Ibu dan bapak yang telah memotivasi dan mendoakanku

Adekku tersayang : Irma dan Ira

Serta almamaterku sebagai ungkapan terima kasihku

KATA PENGANTAR

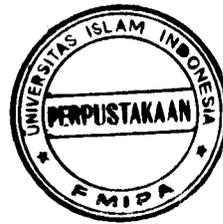
Assalamualaikum, Wr. Wb.,

Alhamdulillah, segala puji dan syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah memberikan rahmat, karunia dan ridlo-Nya yang besar sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **“Analisis Zat Pewarna pada Lipstik Tanpa Nomor Register dengan Metode KLT-Densitometri”**.

Skripsi ini disusun untuk memenuhi sebagian syarat mencapai derajat sarjana sains pada Jurusan Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.

Dalam penelitian dan penyusunan skripsi ini, penulis menyadari bahwa banyak sekali bantuan dan masukan dari banyak pihak hingga terselesaikannya penyusunan skripsi ini. Untuk itu, penulis ingin mengucapkan rasa terima kasih kepada:

1. Ibu Endang Lukitaningsih, M.Si., Apt selaku dosen pembimbing I atas semua bimbingan, saran, kritik dan waktu yang diberikan kepada penulis.
2. Bapak Riyanto, M.Si., selaku dosen pembimbing II atas semua pengarahan dan bimbingannya.
3. Ibu Dra. Suparmi M.Si., Apt selaku dosen penguji, terima kasih atas segala saran dan koreksinya.
4. Bapak Jaka Nugraha, M.Si., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam atas fasilitas selama penulis menyelesaikan studi.
5. Seluruh dosen Universitas Islam Indonesia Jurusan Farmasi atas ilmu pengetahuan yang telah diberikan selama proses pembelajaran.



DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
HALAMAN PERSEMBAHAN	iv
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
INTISARI	xiii
ABSTRACT	xiv
BAB I. PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang Masalah	1
B. Rumusan Masalah	3
C. Tujuan Penelitian	3
BAB II. STUDI PUSTAKA	4
A. Tinjauan Pustaka	4
1. Kosmetika	4
2. Kosmetika Rias Bibir	5
3. Lipstik	6
4. Zat Pewarna	8

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.	Struktur kimia D&C Red No. 8	10
Gambar 2.	Struktur kimia D&C Red No. 19	11
Gambar 3.	Struktur kimia D&C Orange No. 17	11
Gambar 4.	Prinsip densitometri : absorpsi-refleksi	18
Gambar 5.	Skema kerja penelitian	28
Gambar 6.	Hasil KLT lima sampel lipstik	31
Gambar 7.	Hasil KLT lipstik merk E pada fase gerak yang berbeda	35
Gambar 8.	Kurva baku merah K10	37
Gambar 9.	Kosmetika lipstik	45
Gambar 10.	Alat nanomat Camag III	46
Gambar 11.	Alat timbangan Sartorius BP 210	47
Gambar 12.	Kromatogram identifikasi kelima sampel lipstik	48
Gambar 13.	Alat densitometer Shimadzu CS 930	49
Gambar 14.	Kromatogram lipstik merk E (fase gerak etil asetat : metanol : ammonia (5 : 1 : 1) v/v)	54
Gambar 15.	Kromatogram lipstik merk E (fase gerak n-butanol : etil asetat : ammonia (11 : 4 : 5) v/v)	55

DAFTAR TABEL

Tabel I.	Daftar kelarutan dari D&C Red No. 8, D&C Red No. 19, dan D&C Orange No. 17 di dalam masing-masing larutan	12
Tabel II.	Daftar sifat yang dimiliki dari D&C Red No. 8, D&C Red No. 19, dan D&C Orange No. 17	12
Tabel III.	Data kualitatif tiga pewarna standar	32
Tabel IV.	Data kualitatif kelima sampel lipstik	32
Tabel V.	Hasil uji kualitatif zat pewarna pada sampel lipstik	33
Tabel VI.	Hasil pembacaan densitometer pada penentuan kurva baku pewarna merah K10	36
Tabel VII.	Hasil perhitungan recovery	38
Tabel VIII.	Hasil densitometri sampel lipstik merk E	39
Tabel IX.	Hasil penetapan kadar pewarna merah K10 dalam lipstik merk E	39

ANALISIS ZAT PEWARNA PADA LIPSTIK TANPA NOMOR REGISTER DENGAN METODE KLT – DENSITOMETRI

INTISARI

Telah dilakukan penelitian tentang analisis zat pewarna berbahaya pada sediaan kosmetika lipstik yang beredar di Jogjakarta, yaitu merk A, B, C, D, dan E dengan tiga standar warna, yaitu merah K3 (D&C Red No. 8), merah K10 (D&C Red No. 19), dan jingga K1 (D&C Orange No. 17). Ketiga pewarna standar tersebut dikatakan berbahaya dan dilarang penggunaannya sebagai bahan tambahan, obat-obatan dan kosmetika karena telah diatur menurut ketentuan Peraturan Menteri Kesehatan RI, Nomor 445/Men.kes/Per/V/1998.

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui apakah lipstik yang telah beredar di pasaran mengandung zat pewarna yang berbahaya menurut tiga standar yang ada, serta untuk mengetahui kadar pewarna tersebut.

Sampel dianalisis dengan metode KLT-densitometri, yaitu cara penetapan kadar suatu senyawa yang bersangkutan yang telah dipisahkan dengan KLT, menggunakan alat *TLC Scanner*. Panjang gelombang yang digunakan adalah 510 nm, karena pada panjang gelombang ini dapat memberikan serapan yang maksimum.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa dari kelima sampel lipstik yang telah dianalisis, hanya ada satu yang mengandung zat pewarna berbahaya berupa merah K10. Kadar pewarna merah K10 yang terdapat pada lipstik tersebut adalah $(4,63 \pm 0,41) \times 10^3$ ppm. Recovery (perolehan kembali) dilakukan untuk mengevaluasi ketepatan metode analisis kimia yang digunakan dalam penelitian ini dan diperoleh hasil recovery $102,9 \pm 4,3$ %.

Kata kunci : lipstik, zat pewarna, KLT, densitometer.

ANALISYS OF UNREGISTERED LIPSTICK'S COLOR ENHANCER USING TLC – DENSITOMETRY METHOD

ABSTRACT

Have been done research about analysis dangerous colourant at lipstick circulating in Jogjakarta, that is merk A, B, C, D, and E with three colour standard, that is merah K3 (D&C Red No. 8), merah K10 (D&C Red No. 19), and jingga K1 (D&C Orange No. 17). Third the standard colourant told dangerous and prohibited its use additional upon which, drugs and cosmetics because have been arranged according to rule of Regulation of Minister for Public Health RI, Number 445/Men.kes/Per/V/1998.

This research aim to know whether lipstick circulated in marketing contain the dangerous colourant according to three existing standard, and also to know the the colourant rate.

Sampel analysed with the method TLC-densitometry, that is the way of rate stipulating of pertinent compound which have been dissociated by TLC, using appliance of TLC Scanner. Wavelength used is 510 nm, because at this wavelength can give the maximum absorption.

Result of research indicate that from fifth of sample lipstick which have been analysed, there's only one pregnant of dangerous colourant that is merah K10. Merah K10 colourant rate found on the lipstick is $(4,63 \pm 0,41) \times 10^3$ ppm. Recovery done to evaluate the accuracy of method of chemistry analysis used in this research and obtained by result recovery $102,9 \pm 4,3$ %.

Keyword : *lipstick, colorantr, TLC, densitometer.*

B. Perumusan Masalah

1. Adakah zat pewarna berbahaya di dalam kosmetika lipstik ?
2. Zat pewarna apa yang terkandung di dalam lipstik dan berapa kadarnya ?

C. Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui apakah lipstik yang telah beredar di pasaran mengandung zat pewarna yang berbahaya menurut tiga standar yang ada, serta untuk mengetahui kadar pewarna tersebut.



rutin dan rajin membuat kondisi bibir anda pun jadi makin sehat dan berseri. Penampilan Anda pun akan semakin menarik (Permatasari, 2003).

Bagi bibir yang begitu sempit ternyata tersedia berbagai macam kosmetika rias. Mungkin karena bibir dianggap sebagai bagian penting dalam penampilan seseorang maupun alat seksual yang cukup diandalkan. Kosmetika rias bibir selain untuk merias bibir ternyata disertai juga dengan bahan untuk meminyaki dan melindungi bibir dari lingkungan yang merusak, misalnya sinar ultraviolet (Wasitaatmadja, 1997).

Ada beberapa macam kosmetika rias bibir, yaitu: a) *Lipstick* dan *Lip crayon*; b) Krim bibir (*lip cream*) dan pengkilap bibir (*lip gloss*); dan c) Penggaris bibir (*lip liner*) dan *lip sealers* (Wasitaatmadja, 1997).

3. Lipstik

Lipstick adalah pewarna bibir yang dikemas dalam bentuk batang padat (*roll up*) yang dibentuk dari minyak, lilin dan lemak. Bila pengemasan dilakukan dalam bentuk batang lepas disebut *lip crayon* yang memerlukan bantuan pensil warna untuk memperjelas hasil usapan pada bibir. Sebenarnya *lipstick* adalah juga *lip crayon* yang diberi pengungkit *roll up* untuk memudahkan pemakaian dan hanya sedikit lebih lembut dan mudah dipakai (Wasitaatmaja, 1997).

Lipstick biasanya terdiri dari suatu bahan dasar lemak padat yang berisi *coal-tar dyes* dan suspensi pigmen. Bahan dasar *lipstick* pada umumnya terdiri atas lilin, minyak, dan material lemak; ramuan khas meliputi *carnauba wax*,

candelilla wax, beeswax, hidrokarbon, castor oil, oleyl alkohol, butyl stearate, polyethylene glycols, propylene glycol, lanolin, dan cocoa butter (Senzel, 1977).

Karakteristik dan kuantitas dari lilin hadir dalam *lipstick* menentukan permukaan yang halus atau mengkilap dan kekerasan dari produk. Minyak terpilih semata-mata didasarkan atas bahan pelarut, terutama mempengaruhi pada fluoresensi warna. Minyak boleh meliputi lebih dari separuh total berat dari lipstick. Material lemak memberi film/penutup pada lipstick lebih dari seluruh bagian dari lipstick, melunakkan kulit bibir, dan mempromosikan penyebaran dari pigmen yang tidak dapat larut (Senzel, 1977).

Oleh karena kecenderungan dari semua campuran *oil-fat-wax* untuk mengurai dengan cepat, maka antioksidan dan bahan pengawet ditambahkan ke dalam lipstick untuk mencegah tengik dan pembusukan. Flavors juga ditambahkan untuk menutupi bau dan rasa yang tidak enak (Senzel, 1977).

Contoh formula lipstick :

1. *Carnauba wax, bees wax*60,0
- Oleil alkohol*30,0
- Titanium dioksida*0,50-0,80
- p-hidroksi anisol*0,005
- Parfum*secukupnya

(Nater, 1983)

2. *Lilin lebah putih*60,0
- Lanolin*0,80
- Petroleum jelly putih*36,0

Dibandingkan dengan obat dan makanan, kosmetik pada umumnya mengandung sejumlah bahan pewarna yang komposisinya jauh lebih tinggi. Meskipun obat dan makanan jarang mengandung zat warna lebih dari beberapa bagian per satu juta (ppm), akan tetapi kosmetik sering mengandung beberapa persen zat warna (Marmion, 1984).

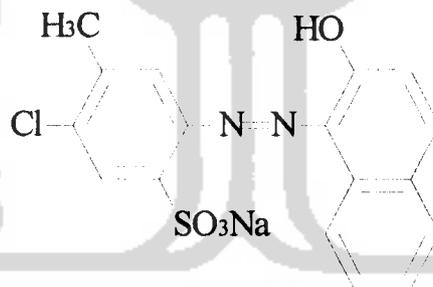
Dibawah ini adalah uraian mengenai pewarna merah K3 (D&C Red No. 8), merah K10 (D&C Red No. 19), dan jingga K1 (D&C Orange No. 17) :

a. Merah K3 atau D&C Red No. 8

Sinonim : Lake Red C, CI Pigment Red 53 (15585).

CAS Reg. No. : 2092-56-0

Struktur kimia :



Gambar 1. Struktur kimia D&C Red No. 8

Identitas : 1-(4-chloro-5-sulfo-2-tolylazo)-2-naphthol.

Rumus empirik : $C_{17}H_{12}N_2O_4SNaCl$.

BM : 398,80

Klasifikasi warna : Monoazo.

b. Merah K10 atau D&C Red No. 19

Sinonim : Rhodamine B; CI Basic Violet 10 (45170)

CAS Reg. No. : 81-88-9

BAB I

DAHULUAN

r Belakang Masalah

lkenal sejak zaman dahulu karena diperlukan
 oria, tua dan muda untuk menghias diri atau
 guna menambah kepercayaan diri dalam
 emajuan teknologi dan modernisasi maka
 ng menawarkan jasa dalam bidang seni
 Pada abad XX ini industri kosmetika makin
 angat terasa di Indonesia, dimana ditemukan
 beredar baik produksi dalam negeri maupun
 unannya di kalangan masyarakat.

bagian besar produk kosmetika berasal dari
 iklim dan lingkungan serta manusia daerah
 ka kebanyakan dilakukan oleh peneliti barat
 dengan lingkungan mereka yang berbeda
 a di negara Indonesia. Oleh Karena itu para
 m memilih suatu produk.

arahnya, sudah sejak dahulu manusia
 asli dan bahan kimia dalam pemrosesan
 an herba, lemak hewan, dan menggunakan

I No. 8, D&C Red No. 19, dan D&C
g-masing larutan

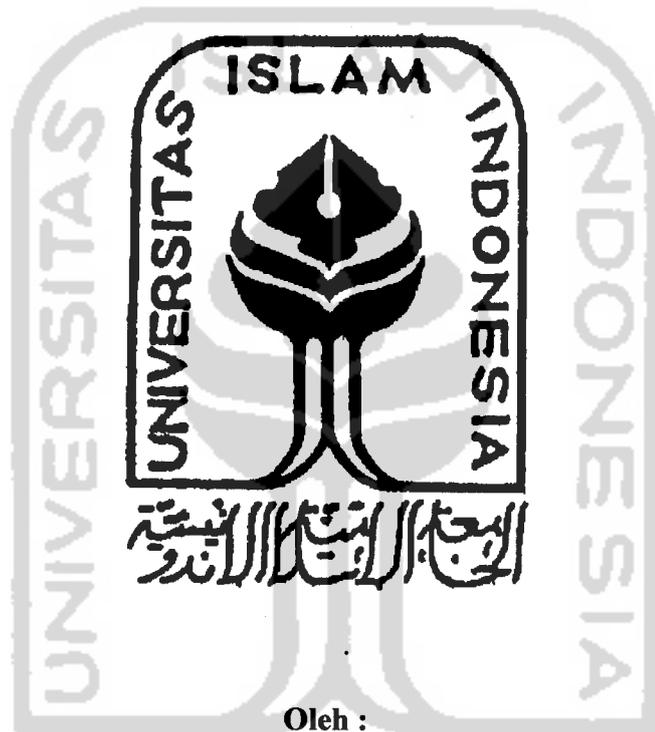
D&C Red No.19	D&C Orange No.17
SF	I
SF	D
SF	Ia
SF	Ia
I	D
I	I
IC	D
SS	D
IC	D
IC	D
Sb	Ia
SF	Ia
I	I

ri D&C Red No. 8, D&C Red No. 19,

D&C Red No.19	D&C Orange No.17
3	5
5	5I
5	Id
2p	Idr
6	I
6	I
3	3
5	2

**ANALISIS ZAT PEWARNA
PADA LIPSTIK TANPA NOMOR REGISTER
DENGAN METODE KLT - DENSITOMETRI**

SKRIPSI



Oleh :

**IKA KURNIAWATI
00 613 041**

**JURUSAN FARMASI
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
JOGJAKARTA
SEPTEMBER 2004**

SKRIPSI

ANALISIS ZAT PEWARNA PADA LIPSTIK TANPA NOMOR REGISTER DENGAN METODE KLT – DENSITOMETRI

Oleh:

IKA KURNIAWATI
00 613 041

Telah dipertahankan dihadapan Panitia Penguji Skripsi
Jurusan Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia

Tanggal: 22 September 2004

Ketua Penguji,


Endang Lukitaningsih, M.Si. Apt

Anggota penguji,



Riyanto, M.Si

Anggota penguji,

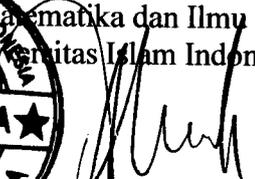


Dra. Suparmi, M.Si, Apt

Mengetahui

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia




Jaka Nugraha, M.Si

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa dalam skripsi ini tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu Perguruan Tinggi dan sepanjang pengetahuan saya, juga tidak terdapat karya atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan diterbitkan dalam daftar pustaka.



Jogjakarta, September 2004
Penulis,

Ika Kurniawati

HALAMAN PERSEMBAHAN

Al Qur'an itu adalah ayat yang nyata dan jelas terutama
di dada orang yang punya ilmu

(Q.S Al 'Ankabuut : 49)

Akal dan belajar itu seperti raga dan jiwa, tanpa raga,
jiwa hanyalah udara hampa, tanpa jiwa, raga adalah
kerangka tanpa makna

(Khalil Gibran)



Skripsi ini kupersembahkan untuk :

Ibu dan bapak yang telah memotivasi dan mendoakanku

Adekku tersayang : Irma dan Ira

Serta almamaterku sebagai ungkapan terima kasihku

KATA PENGANTAR

Assalamualaikum, Wr. Wb.,

Alhamdulillah, segala puji dan syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah memberikan rahmat, karunia dan ridlo-Nya yang besar sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **“Analisis Zat Pewarna pada Lipstik Tanpa Nomor Register dengan Metode KLT-Densitometri”**.

Skripsi ini disusun untuk memenuhi sebagian syarat mencapai derajat sarjana sains pada Jurusan Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.

Dalam penelitian dan penyusunan skripsi ini, penulis menyadari bahwa banyak sekali bantuan dan masukan dari banyak pihak hingga terselesaikannya penyusunan skripsi ini. Untuk itu, penulis ingin mengucapkan rasa terima kasih kepada:

1. Ibu Endang Lukitaningsih, M.Si., Apt selaku dosen pembimbing I atas semua bimbingan, saran, kritik dan waktu yang diberikan kepada penulis.
2. Bapak Riyanto, M.Si., selaku dosen pembimbing II atas semua pengarahan dan bimbingannya.
3. Ibu Dra. Suparmi M.Si., Apt selaku dosen penguji, terima kasih atas segala saran dan koreksinya.
4. Bapak Jaka Nugraha, M.Si., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam atas fasilitas selama penulis menyelesaikan studi.
5. Seluruh dosen Universitas Islam Indonesia Jurusan Farmasi atas ilmu pengetahuan yang telah diberikan selama proses pembelajaran.

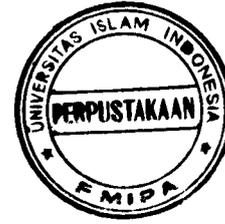
6. Drs. Syamsudin, Apt selaku kepala Balai Besar POM beserta para staf yang telah memberikan kesempatan untuk melaksanakan penelitian di sana.
7. Semua pihak yang telah membantu penulisan skripsi ini yang tidak dapat disebutkan satu persatu. Semoga segala amal kebaikan mendapat imbalan dari Allah SWT.

Penulis menyadari dalam penyusunan skripsi ini masih banyak kekurangan, oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran dari semua pihak untuk perbaikan. Akhirnya, semoga dengan segala kekurangan skripsi ini, masih dapat bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan pada umumnya dan bagi semua pihak yang membutuhkan.

Wassalamu'alaikum, Wr.Wb

Jogjakarta, September 2004

Penyusun

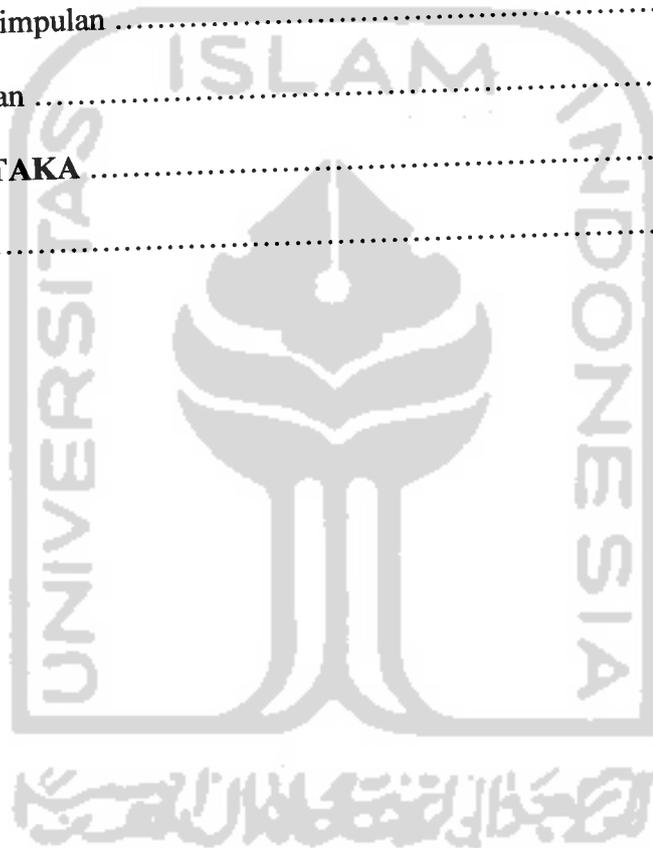


DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
HALAMAN PERSEMBAHAN	iv
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
INTISARI	xiii
ABSTRACT	xiv
BAB I. PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang Masalah	1
B. Rumusan Masalah	3
C. Tujuan Penelitian	3
BAB II. STUDI PUSTAKA	4
A. Tinjauan Pustaka	4
1. Kosmetika	4
2. Kosmetika Rias Bibir	5
3. Lipstik	6
4. Zat Pewarna	8

5. Kromatografi Lapis Tipis	14
6. Densitometri	17
7. Kesahihan Metode Analisis	20
B. Landasan Teori	22
C. Keterangan Empiris	23
BAB III CARA PENELITIAN	24
A. Bahan dan Alat	24
B. Cara Penelitian	25
1. Identifikasi sampel	25
2. Ekstraksi sampel	25
3. Pembuatan larutan standar	25
4. Pembuatan kurva baku	26
5. Analisis sampel	26
I. Analisis kualitatif	26
II. Analisis kuantitatif	26
III. Pembuatan recovery	27
C. Analisis Hasil	27
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	29
A. Identifikasi lipstik	29
B. Ekstraksi Sampel	30
C. Pembuatan Larutan Standar	30
D. Analisis Kualitatif	30
E. Analisis Kuantitatif	33

F. Penentuan Persamaan Kurva Baku	35
G. Recovery	37
H. Analisis Kandungan Zat Pewarna Merah K10 dengan Metode Densitometri	38
BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN	42
A. Kesimpulan	42
B. Saran	42
DAFTAR PUSTAKA	43
LAMPIRAN	45



DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.	Struktur kimia D&C Red No. 8	10
Gambar 2.	Struktur kimia D&C Red No. 19	11
Gambar 3.	Struktur kimia D&C Orange No. 17	11
Gambar 4.	Prinsip densitometri : absorpsi-refleksi	18
Gambar 5.	Skema kerja penelitian	28
Gambar 6.	Hasil KLT lima sampel lipstik	31
Gambar 7.	Hasil KLT lipstik merk E pada fase gerak yang berbeda	35
Gambar 8.	Kurva baku merah K10	37
Gambar 9.	Kosmetika lipstik	45
Gambar 10.	Alat nanomat Camag III	46
Gambar 11.	Alat timbangan Sartorius BP 210	47
Gambar 12.	Kromatogram identifikasi kelima sampel lipstik	48
Gambar 13.	Alat densitometer Shimadzu CS 930	49
Gambar 14.	Kromatogram lipstik merk E (fase gerak etil asetat : metanol : ammonia (5 : 1 : 1) v/v)	54
Gambar 15.	Kromatogram lipstik merk E (fase gerak n-butanol : etil asetat : ammonia (11 : 4 : 5) v/v)	55

DAFTAR TABEL

Tabel I.	Daftar kelarutan dari D&C Red No. 8, D&C Red No. 19, dan D&C Orange No. 17 di dalam masing-masing larutan	12
Tabel II.	Daftar sifat yang dimiliki dari D&C Red No. 8, D&C Red No. 19, dan D&C Orange No. 17	12
Tabel III.	Data kualitatif tiga pewarna standar	32
Tabel IV.	Data kualitatif kelima sampel lipstik	32
Tabel V.	Hasil uji kualitatif zat pewarna pada sampel lipstik	33
Tabel VI.	Hasil pembacaan densitometer pada penentuan kurva baku pewarna merah K10	36
Tabel VII.	Hasil perhitungan recovery	38
Tabel VIII.	Hasil densitometri sampel lipstik merk E	39
Tabel IX.	Hasil penetapan kadar pewarna merah K10 dalam lipstik merk E	39

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1.	Gambar kosmetika lipstik	45
Lampiran 2.	Gambar alat nanomat Camag III	46
Lampiran 3.	Gambar alat timbangan Sartorius BP 210	47
Lampiran 4.	Gambar kromatogram identifikasi kelima sampel lipstik	48
Lampiran 5.	Gambar alat densitometri Shimadzu CS 930	49
Lampiran 6.	Spektra pengukuran panjang gelombang maksimal pewarna merah K10 dengan densitometer	50
Lampiran 7.	Pembuatan larutan baku merah K10	52
Lampiran 8.	Spektra pembuatan larutan baku merah K10	53
Lampiran 9.	Gambar kromatogram lipstik merk E pada fase gerak etil asetat : metanol : ammonia (5 : 1 : 1) v/v	54
Lampiran 10.	Gambar kromatogram lipstik merk E pada fase gerak n-butanol : etil asetat : ammonia (11 : 4 : 5) v/v	55
Lampiran 11.	Spektra pengujian sampel merk E dengan enam kali replikasi ..	56
Lampiran 12.	Contoh perhitungan kadar pewarna merah K10 dalam sampel lipstik merk E	57
Lampiran 13.	Perhitungan statistik dari hasil data yang diperoleh	58
Lampiran 14.	Spektra hasil pembuatan recovery	60
Lampiran 15.	Perhitungan recovery	61

**ANALISIS ZAT PEWARNA
PADA LIPSTIK TANPA NOMOR REGISTER
DENGAN METODE KLT – DENSITOMETRI**

INTISARI

Telah dilakukan penelitian tentang analisis zat pewarna berbahaya pada sediaan kosmetika lipstik yang beredar di Jogjakarta, yaitu merk A, B, C, D, dan E dengan tiga standar warna, yaitu merah K3 (D&C Red No. 8), merah K10 (D&C Red No. 19), dan jingga K1 (D&C Orange No. 17). Ketiga pewarna standar tersebut dikatakan berbahaya dan dilarang penggunaannya sebagai bahan tambahan, obat-obatan dan kosmetika karena telah diatur menurut ketentuan Peraturan Menteri Kesehatan RI, Nomor 445/Men.kes/Per/V/1998.

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui apakah lipstik yang telah beredar di pasaran mengandung zat pewarna yang berbahaya menurut tiga standar yang ada, serta untuk mengetahui kadar pewarna tersebut.

Sampel dianalisis dengan metode KLT-densitometri, yaitu cara penetapan kadar suatu senyawa yang bersangkutan yang telah dipisahkan dengan KLT, menggunakan alat *TLC Scanner*. Panjang gelombang yang digunakan adalah 510 nm, karena pada panjang gelombang ini dapat memberikan serapan yang maksimum.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa dari kelima sampel lipstik yang telah dianalisis, hanya ada satu yang mengandung zat pewarna berbahaya berupa merah K10. Kadar pewarna merah K10 yang terdapat pada lipstik tersebut adalah $(4,63 \pm 0,41) \times 10^3$ ppm. Recovery (perolehan kembali) dilakukan untuk mengevaluasi ketepatan metode analisis kimia yang digunakan dalam penelitian ini dan diperoleh hasil recovery $102,9 \pm 4,3$ %.

Kata kunci : lipstik, zat pewarna, KLT, densitometer.

ANALISYS OF UNREGISTERED LIPSTICK'S COLOR ENHANCER USING TLC – DENSITOMETRY METHOD

ABSTRACT

Have been done research about analysis dangerous colourant at lipstick circulating in Jogjakarta, that is merk A, B, C, D, and E with three colour standard, that is merah K3 (D&C Red No. 8), merah K10 (D&C Red No. 19), and jingga K1 (D&C Orange No. 17). Third the standard colourant told dangerous and prohibited its use additional upon which, drugs and cosmetics because have been arranged according to rule of Regulation of Minister for Public Health RI, Number 445/Men.kes/Per/V/1998.

This research aim to know whether lipstick circulated in marketing contain the dangerous colourant according to three existing standard, and also to know the the colourant rate.

Sampel analysed with the method TLC-densitometry, that is the way of rate stipulating of pertinent compound which have been dissociated by TLC, using appliance of TLC Scanner. Wavelength used is 510 nm, because at this wavelength can give the maximum absorption.

Result of research indicate that from fifth of sample lipstick which have been analysed, there's only one pregnant of dangerous colourant that is merah K10. Merah K10 colourant rate found on the lipstick is $(4,63 \pm 0,41) \times 10^3$ ppm. Recovery done to evaluate the accuracy of method of chemistry analysis used in this research and obtained by result recovery $102,9 \pm 4,3$ %.

Keyword : *lipstick, colorantr, TLC, densitometer.*

B. Perumusan Masalah

1. Adakah zat pewarna berbahaya di dalam kosmetika lipstik ?
2. Zat pewarna apa yang terkandung di dalam lipstik dan berapa kadarnya ?

C. Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui apakah lipstik yang telah beredar di pasaran mengandung zat pewarna yang berbahaya menurut tiga standar yang ada, serta untuk mengetahui kadar pewarna tersebut.



BAB II

STUDI PUSTAKA

A. Tinjauan Pustaka

1. Kosmetika

Kosmetika berasal dari kata kosmein (Yunani) yang berarti berhias, bahan yang dipakai dalam usaha untuk mempercantik diri, dahulu diramu dari bahan-bahan alami yang terdapat disekitarnya. Sekarang kosmetika dibuat manusia tidak hanya dari bahan alami tetapi juga bahan buatan untuk maksud kecantikan (Wasitaatmadja, 1997).

Kosmetika didefinisikan sebagai bahan atau campuran bahan untuk digosokkan, dilekatkan, dituangkan, dipercikan, atau disemprotkan pada, dimasukkan kedalam, dipergunakan pada badan atau bagian badan manusia dengan maksud membersihkan, memelihara, menambah daya tarik atau merubah rupa dan tidak termasuk obat (Wasitaatmadja, 1997).

Menurut Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia No. 445/MenKes/Per/V/1998, kosmetika adalah sediaan atau paduan bahan yang siap untuk digunakan pada bagian luar badan (epidermis, rambut, kuku, bibir, dan organ kelamin luar), gigi, dan rongga mulut, untuk membersihkan, menambah daya tarik, mengubah penampilan, melindungi supaya dalam keadaan baik, memperbaiki bau badan, tetapi tidak dimaksudkan untuk mengobati atau menyembuhkan penyakit (Anonim, 1998).

Menurut Formularium Kosmetika Indonesia didefinisikan sebagai sediaan yang dipergunakan untuk memperindah kulit dan rambut, membuat lebih enak dilihat, dibau (Anonim, 1985).

Kosmetika menurut penggunaannya dibagi dua golongan yaitu :

a. Kosmetika riasan

Kosmetika yang diperlukan untuk merias atau memperindah penampilan kulit dengan warna-warna yang menarik dan kadang disertai zat pewangi untuk mengharumkan bau kulit yang dirias.

b. Kosmetika perawatan kulit

Kosmetika yang diutamakan untuk memelihara kebersihan dan kesehatan kulit bahkan kadang-kadang untuk menghilangkan kelainan-kelainan pada kulit.

Dengan penggolongan yang sangat sederhana ini setiap jenis kosmetika akan dapat dikenal kegunaannya dan akan menjadi bahan acuan bagi konsumen dalam bidang kosmetologi, penggolongan ini juga dapat menampung setiap jenis sediaan kosmetika dan setiap tempat pemakaian kosmetika (Tranggono, 1992).

2. Kosmetika Rias Bibir

Bibir adalah hal pertama yang sering jadi perhatian. Karena bibir yang terawat, tentu akan terlihat seksi dan menggairahkan. Selama ini banyak wanita sering mengabaikan perawatan dan kesehatan bibir. Padahal bibir adalah hal terpenting dari kecantikan, dan perawatannya juga tidak rumit. Yang penting jangan lupa membersihkan bibir setiap habis mengenakan lipstik. Perawatan yang

rutin dan rajin membuat kondisi bibir anda pun jadi makin sehat dan berseri. Penampilan Anda pun akan semakin menarik (Permatasari, 2003).

Bagi bibir yang begitu sempit ternyata tersedia berbagai macam kosmetika rias. Mungkin karena bibir dianggap sebagai bagian penting dalam penampilan seseorang maupun alat seksual yang cukup diandalkan. Kosmetika rias bibir selain untuk merias bibir ternyata disertai juga dengan bahan untuk meminyaki dan melindungi bibir dari lingkungan yang merusak, misalnya sinar ultraviolet (Wasitaatmadja, 1997).

Ada beberapa macam kosmetika rias bibir, yaitu: a) *Lipstick* dan *Lip crayon*; b) Krim bibir (*lip cream*) dan pengkilap bibir (*lip gloss*); dan c) Penggaris bibir (*lip liner*) dan *lip sealers* (Wasitaatmadja, 1997).

3. Lipstik

Lipstick adalah pewarna bibir yang dikemas dalam bentuk batang padat (*roll up*) yang dibentuk dari minyak, lilin dan lemak. Bila pengemasan dilakukan dalam bentuk batang lepas disebut *lip crayon* yang memerlukan bantuan pensil warna untuk memperjelas hasil usapan pada bibir. Sebenarnya *lipstick* adalah juga *lip crayon* yang diberi pengungkit *roll up* untuk memudahkan pemakaian dan hanya sedikit lebih lembut dan mudah dipakai (Wasitaatmaja, 1997).

Lipstick biasanya terdiri dari suatu bahan dasar lemak padat yang berisi *coal-tar dyes* dan suspensi pigmen. Bahan dasar *lipstick* pada umumnya terdiri atas lilin, minyak, dan material lemak; ramuan khas meliputi *carnauba wax*,

candelilla wax, beeswax, hidrokarbon, castor oil, oleyl alkohol, butyl stearate, polyethylene glycols, propylene glycol, lanolin, dan cocoa butter (Senzel, 1977).

Karakteristik dan kuantitas dari lilin hadir dalam *lipstick* menentukan permukaan yang halus atau mengkilap dan kekerasan dari produk. Minyak terpilih semata-mata didasarkan atas bahan pelarut, terutama mempengaruhi pada fluoresensi warna. Minyak boleh meliputi lebih dari separuh total berat dari lipstick. Material lemak memberi film/penutup pada lipstick lebih dari seluruh bagian dari lipstick, melunakkan kulit bibir, dan mempromosikan penyebaran dari pigmen yang tidak dapat larut (Senzel, 1977).

Oleh karena kecenderungan dari semua campuran *oil-fat-wax* untuk mengurai dengan cepat, maka antioksidan dan bahan pengawet ditambahkan ke dalam lipstick untuk mencegah tengik dan pembusukan. Flavors juga ditambahkan untuk menutupi bau dan rasa yang tidak enak (Senzel, 1977).

Contoh formula lipstick :

1. *Carnauba wax, bees wax*60,0
Oleil alkohol30,0
Titanium dioksida0,50-0,80
p-hidroksi anisol0,005
Parfumsecukupnya
 (Nater, 1983)
2. *Lilin lebah putih*60,0
Lanolin0,80
Petroleum jelly putih36,0

<i>Setil alcohol</i>	0,60
<i>Minyak kastor</i>	0,80
<i>Lilin carnauba</i>	0,50
<i>Warna</i>	1/15 mikroskopula
<i>Parfum</i>	secukupnya
<i>Preservatif</i>	1 mikroskopula

(Young, 1974)

4. Zat Pewarna

Penggunaan warna dalam kosmetik adalah sama tuanya dengan ilmu pengetahuan kosmetik itu sendiri. Walaupun ada klaim yang ilmiah untuk kosmetik, keinginan untuk membeli suatu produk dikendalikan oleh tiga pikiran sehat yaitu meninjau, menyentuh, dan membaui dan pada saat ini warna mempunyai peranan penting. Warna menjadi sangat penting didalam kosmetik, bahwa tingkat dari artistik sering menentukan apakah produk akan sukses (Senzel, 1977).

Menurut Peraturan Menteri kesehatan RI No. 445/Menkes/Per/V/1998, zat warna adalah zat atau campuran zat yang dapat digunakan sebagai pewarna dalam kosmetik dengan atau tanpa bantuan zat lain (Anonim, 1998).

Pewarna yang digunakan dalam kosmetik umumnya terdiri atas 2 jenis yaitu:

a. Pewarna yang dapat larut dalam cairan (*soluble*), air, alkohol atau minyak. Contoh warna kosmetika ialah: (i) Pewarna asam (*acid dyes*) yang

merupakan golongan terbesar pewarna pakaian, makanan dan kosmetika. Unsur terpenting dari pewarna ini adalah gugus azo; (ii) *Solvent dyes* yang larut dalam air atau alkohol, misal: merah DC, merah hijau No. 17, violet, kuning; (iii) *Xanthene dyes* yang dipakai dalam *lipstick*, misalnya DC orange, merah, dan kuning.

b. Pewarna yang tidak dapat larut dalam cairan (*insoluble*), yang terdiri atas bahan organik dan inorganik, misalnya *lakes*, besi oksida (Wasitaatmadja, 1997).

Tidak semua zat warna dapat digunakan untuk kosmetika. Kulit di beberapa bagian tubuh sensitif terhadap warna tertentu sehingga memerlukan warna khusus, seperti kulit sekitar mata, kulit sekitar mulut, bibir, dan kuku. Penggunaan zat warna untuk kosmetika di Indonesia telah ditetapkan melalui SK dan Permenkes (Wasitaatmadja, 1997).

Alasan untuk menggunakan pewarna aditif pada kosmetik mungkin bisa lebih jelas dibandingkan dengan penggunaan pewarna aditif pada obat atau makanan. Produk seperti *aftershave lotion*, tonik rambut, dan sabun mengandung bahan aditif yang semata-mata untuk alasan estetika. Meskipun demikian pewarna adalah hal yang utama, bagian yang sangat fungsional dari suatu kosmetik, seringkali mengisi separuh dari berat total. Beberapa kosmetik, mencakup pensil alis mata, cat kuku, dan pemerah pipi, kandungan zat warnanya sangat sedikit sekali bila dibandingkan dengan campuran zat warna dengan satu atau lebih bahan yang bertindak sebagai *binders*, *vehicles*, atau *diluents* untuk memberikan produk yang diinginkan tetapi itu hanya sedikit nilai kosmetiknya (Marmion, 1984).

Dibandingkan dengan obat dan makanan, kosmetik pada umumnya mengandung sejumlah bahan pewarna yang komposisinya jauh lebih tinggi. Meskipun obat dan makanan jarang mengandung zat warna lebih dari beberapa bagian per satu juta (ppm), akan tetapi kosmetik sering mengandung beberapa persen zat warna (Marmion, 1984).

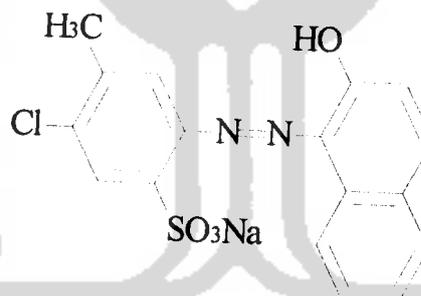
Dibawah ini adalah uraian mengenai pewarna merah K3 (D&C Red No. 8), merah K10 (D&C Red No. 19), dan jingga K1 (D&C Orange No. 17) :

a. Merah K3 atau D&C Red No. 8

Sinonim : Lake Red C, CI Pigment Red 53 (15585).

CAS Reg. No. : 2092-56-0

Struktur kimia :



Gambar 1. Struktur kimia D&C Red No. 8

Identitas : 1-(4-chloro-5-sulfo-2-tolylazo)-2-naphthol.

Rumus empirik : $C_{17}H_{12}N_2O_4SNaCl$.

BM : 398,80

Klasifikasi warna : Monoazo.

b. Merah K10 atau D&C Red No. 19

Sinonim : Rhodamine B; CI Basic Violet 10 (45170)

CAS Reg. No. : 81-88-9

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang Masalah

Pemakaian kosmetik sudah dikenal sejak zaman dahulu karena diperlukan oleh semua orang, wanita maupun pria, tua dan muda untuk menghias diri atau menutupi kekurangan pada dirinya guna menambah kepercayaan diri dalam berpenampilan. Dengan adanya kemajuan teknologi dan modernisasi maka muncul perusahaan-perusahaan yang menawarkan jasa dalam bidang seni menghias diri dan perawatan kulit. Pada abad XX ini industri kosmetika makin berkembang pesat dan pengaruhnya sangat terasa di Indonesia, dimana ditemukan semakin banyaknya kosmetika yang beredar baik produksi dalam negeri maupun luar negeri disertai peningkatan penggunaannya di kalangan masyarakat.

Namun perlu dicatat bahwa sebagian besar produk kosmetika berasal dari negara barat yang disesuaikan dengan iklim dan lingkungan serta manusia daerah tersebut, sehingga penelitian kosmetika kebanyakan dilakukan oleh peneliti barat dengan penelitian yang disesuaikan dengan lingkungan mereka yang berbeda dengan lingkungan dan iklim yang ada di negara Indonesia. Oleh Karena itu para konsumen sebaiknya lebih selektif dalam memilih suatu produk.

Jika dilihat dari segi sejarahnya, sudah sejak dahulu manusia menggunakan pelbagai jenis ramuan asli dan bahan kimia dalam pemrosesan sediaan kosmetik. Ini termasuk tanaman herba, lemak hewan, dan menggunakan

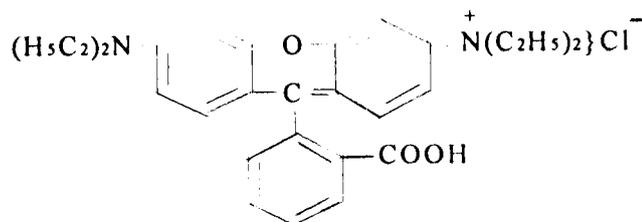
bahan-bahan kimia tertentu. Sehingga sekarang penggunaan sediaan kosmetik masih diragukan keselamatannya kepada pengguna.

Tujuan awal penggunaan kosmetika adalah mempercantik diri yaitu usaha untuk menambah daya tarik agar lebih disukai orang lain. Usaha tersebut dapat dilakukan dengan cara merias setiap bagian tubuh yang terpapar oleh pandangan sehingga terlihat lebih menarik dan sekaligus juga menutupi kekurangan (cacat) yang ada.

Bagi kebanyakan wanita, bibir mendapat prioritas kedua setelah kulit wajah. Wanita baru “berani” keluar rumah setelah sedikitnya memakai bedak dan lipstik. Karena itu, kosmetik untuk bibir sangatlah diperlukan. Di samping itu, merawat bibir menjadi suatu kewajiban karena bibir yang tak terawat, misalnya kering, berwarna kehitaman, atau pecah-pecah, akan mempengaruhi penampilan seseorang secara keseluruhan.

Pada sediaan kosmetika lipstik, mempunyai kandungan utama berupa zat pewarna. Dimana zat pewarna ada yang tergolong aman dan ada yang berbahaya. Pada penelitian ini akan dilakukan analisis zat pewarna yang dapat membahayakan bibir, berupa pewarna Merah K3 (D&C Red No. 8), Merah K10 (D&C Red No. 19), dan Jingga K1 (D&C Orange No. 17). Zat pewarna ini dilarang penggunaannya sebagai bahan tambahan, obat-obatan dan kosmetika karena telah diatur menurut ketentuan Peraturan Menteri Kesehatan RI, Nomor 445/Men.Kes/Per/V/1998. Pada umumnya ketiga pewarna tersebut dalam industri digunakan sebagai bahan untuk tinta cetak dan cat, bahkan sebagai pewarna tekstil.

Struktur kimia :



Gambar 2. Struktur kimia D&C Red No. 19

Identitas : 9-o-carboxyphenyl-6-diethylamino-3-ethylimino-3-isoxanthene.

Rumus empirik : $C_{28}H_{31}N_2O_3Cl$.

BM : 479,02.

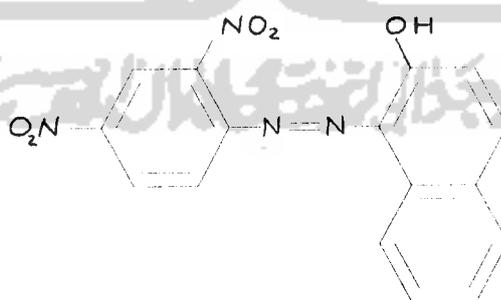
Klasifikasi warna : Xanthene.

c. Jingga K1 atau D&C Orange No. 17

Sinonim : Permatone Orange; CI Pigment Orange 5 (12075).

CAS Reg. No. : 3468-63-1

Struktur kimia :



Gambar 3. Struktur kimia D&C Orange No. 17

Identitas : 1-(2,4-Dinitrophenylazo)-2-naphthol.

Rumus empirik : $C_{16}H_{10}N_2O_5$.

BM : 388,28.

Klasifikasi warna : Monoazo

(Marmion, 1984).

Tabel I. Daftar kelarutan dari D&C Red No. 8, D&C Red No. 19, dan D&C Orange No. 17 di dalam masing-masing larutan

No	Nama larutan	D&C Red No.8	D&C Red No.19	D&C Orange No.17
1	H ₂ O	I	SF	I
2	Glycerol	D	SF	D
3	Metanol	Ia	SF	Ia
4	Etanol	Ia	SF	Ia
5	Petroleum jelly	D	I	D
6	Toluene	I	I	I
7	Asam stearat	D	IC	D
8	Asam oleat	D	SS	D
9	Mineral oil	D	IC	D
10	Mineral wax	D	IC	D
11	Dietil eter	I	Sb	Ia
12	Dimetil keton	Ia	SF	Ia
13	Butil asetat	I	I	I

(Marmion, 1984)

Tabel II. Daftar sifat yang dimiliki dari D&C Red No. 8, D&C Red No. 19, dan D&C Orange No. 17

No	Kemampuan di dalam	D&C Red No.8	D&C Red No.19	D&C Orange No.17
1	Cahaya	6	3	5
2	10% CH ₃ COOH	6I	5	5I
3	10% HCl	4Id	5	Id
4	10% NaOH	4Id	2p	Idr
5	5% FeSO ₄	4Id	6	I
6	5% KAl(SO ₄) ₂	4I	6	I
7	Mengoksidasi senyawa	3	3	3
8	Mereduksi senyawa	1	5	2

(Marmion, 1984)

Keterangan :

1 : Kecepatan sangat lemah.

2 : Kecepatan lemah.

3 : Kecepatan cukup.

4 : Kecepatan sedang.

5 : Kecepatan baik.

6 : Kecepatan sangat baik.

7 : Kecepatan sempurna

a : Pewarna sedikit dapat larut.

b : Pada kenyataannya tanpa warna.

d : Warna menjadi lebih pudar atau gelap.

p : Pewarna yang cepat dalam penggambaran logam berat atau pewarnaan asam.

r : Berubah menjadi merah.

C : Pada kenyataannya tidak dapat larut, tetapi bermanfaat di dalam emulsi sedikit asam atau hampir netral.

D : Pada kenyataannya tidak dapat larut, tetapi mungkin dapat didispersi dengan menggiling dan menghomogenkan. Medium padat (lilin) harus dikurangi atau dilelehkan sebelum atau selama penggilingan.

F : Larutan pada umumnya berfluoresensi.

I : Insoluble (tidak dapat larut)

S : Soluble (dapat larut 1% atau lebih).

SS: Dapat larut (kurang dari 0,25%).

(Marmion, 1984)

5. Kromatografi Lapis Tipis

Teknik kromatografi lapis tipis (KLT) dikembangkan oleh Egon Stahl dengan menghamparkan penyerap pada lempeng gelas, sehingga merupakan lapisan tipis. KLT merupakan kromatografi serapan, tetapi dapat juga merupakan kromatografi partisi karena bahan penyerap telah dilapisi air dari udara. Sistem ini segera populer karena memberikan banyak keuntungan, misalnya peralatan yang diperlukan sedikit, murah, sederhana, waktu analisis cepat dan daya pisah cukup baik (Sudjadi, 1988).

Derajat retensi pada kromatografi lempeng biasanya dinyatakan sebagai faktor retensi, R_f :

$$R_f = \frac{\text{Jarak yang ditempuh senyawa terlarut}}{\text{Jarak yang ditempuh pelarut}}$$

Jarak yang ditempuh pelarut dapat diukur dengan mudah dan jarak tempuh cuplikan diukur pada pusat bercak itu, atau pada titik kerapatan maksimum (Sudjadi, 1988).

Pada semua prosedur kromatografi, kondisi optimum untuk suatu pemisahan merupakan hasil kecocokan antara fasa diam dan fasa gerak. Dalam KLT, fasa diam harus mudah didapat. Keistimewaan KLT adalah lapisan tipis fasa diam dan kemampuan pemisahannya. Pada umumnya sebagai fasa diam digunakan silika gel. Fasa diam dapat dikelompokkan berdasarkan beberapa hal, misalnya berdasarkan sifat kimianya, dapat dikelompokkan dalam senyawa organik dan anorganik. Jika dilihat mekanisme pemisahannya, fasa diam dikelompokkan :

- a. Kromatografi serapan (Silika gel, alumina, keiselguhr)
- b. Kromatografi partisi (Selulosa, keiselguhr, silika gel)
- c. Kromatografi penukar ion (Penukar ion selulosa, resina penukar ion)
- d. Kromatografi gel (Sephadex, Biogel)

Ada beberapa fasa diam sangat sukar dikelompokkan, misalnya poliamida, polimer organik berpori seperti porapak (Sudjadi, 1988).

Setiap jenis fasa diam sangat bervariasi, hal ini disebabkan oleh struktur fasa diam, ukuran, kemurnian, zat tambahan sebagai pengikat dan sebagainya. Oleh karena itu data suatu publikasi tidak menjamin, walaupun semua cara percobaan telah dijelaskan tetapi spesifikasi fasa diam tidak dinyatakan. Fasa diam untuk KLT jika dibandingkan dengan kromatografi kolom terutama berbeda ukurannya, karena itu tidak boleh terbalik (Sudjadi, 1988).

Pemilihan dari fasa bergerak tergantung pada faktor-faktor yang sama seperti dalam kromatografi kolom serapan. Sebaiknya menggunakan campuran pelarut organik yang mempunyai polaritas serendah mungkin. Salah satu alasan daripada penggunaan itu ialah mengurangi serapan dari setiap komponen dari campuran pelarut. Jika komponen-komponen yang mempunyai sifat polar yang tinggi (terutama air) dalam campuran cukup akan merubah sistem menjadi sistem partisi. Campuran yang baik memberikan fasa-fasa bergerak yang mempunyai kekuatan bergerak sedang, tetapi sebaiknya dicegah sejauh mungkin mencampur lebih dari dua komponen, terutama karena campuran yang lebih kompleks cepat mengalami perubahan-perubahan fasa-fasa terhadap perubahan-perubahan suhu. Kemurnian dari pelarut adalah lebih penting dalam lapisan tipis daripada bentuk-

bentuk kromatografi lain, karena di sini digunakan sejumlah materi yang sedikit (Sastrohamidjojo, 1991).

Cara penempatan cuplikan pada lapisan tipis yaitu dengan menotolkan larutan campuran yang akan dipisahkan dengan menggunakan pipa kapiler atau mikro pipet yang baik dan biasanya dibiarkan untuk berkembang membentuk suatu bulatan. Pada penempatan cuplikan ujung penetes dapat mengenai permukaan lapisan, meskipun demikian harus diusahakan sedekat mungkin. Pelarut cuplikan harus sedapat mungkin mudah menguap dan juga sedapat mungkin mempunyai polaritas yang rendah (Sastrohamidjojo, 1991).

Kedudukan noda tak dapat diberi tanda dengan pensil, tetapi dapat menggunakan penunjuk noda, misal penggaris yang diletakkan di samping plat kaca. Penempatan noda di atas plat kira-kira 1 cm dari salah satu ujungnya dimana ujung ini nanti dicelupkan dalam pelarut. Untuk plat kaca yang mempunyai ukuran 20×20 cm, penempatan noda-noda kira-kira sekitar 1 cm dari masing-masing pusat noda. Untuk pekerjaan pemisahan yang besar penempatan noda dapat ditetaskan hingga membentuk garis (Sastrohamidjojo, 1991).

Garis awal dapat diberi tanda pada ujung dari plat dengan pensil dan garis akhir dapat dibuat di bagian atas dengan menggoreskan pensil, dan disebabkan goresan ini aliran pelarut akan ditahan bila permukaan pelarut sampai pada garis (Sastrohamidjojo, 1991).

Jangan terlalu lama mencelupkan plat dalam bejana bila permukaan pelarut telah mencapai garis akhir, karena oleh pengaruh difusi dan penguapan dapat menyebabkan pemancaran dari noda-noda yang terpisah. Ujung plat yang

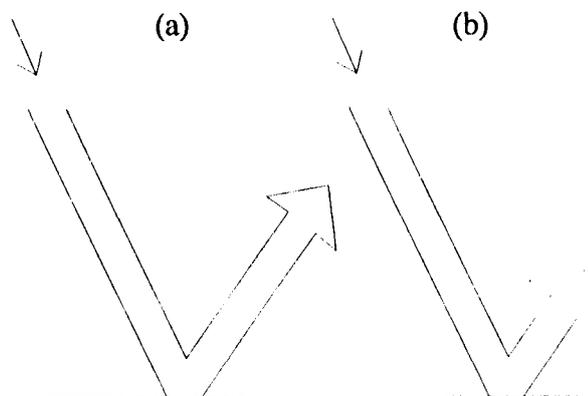
dichelupkan dalam fasa bergerak jangan dibiarkan hingga rusak. Bila akan dilakukan pemisahan dua jalan, maka lapisan dari dua sisi yang berdekatan tidak perlu dihilangkan (Sastrohamidjojo, 1991).

6. Densitometri

KLT Densitometri adalah cara penetapan kadar suatu senyawa dengan mengukur kerapatan bercak dari senyawa yang bersangkutan yang telah dipisahkan dengan KLT, menggunakan alat KLT densitometer atau *TLC scanner*. Pada umumnya pengukuran kerapatan bercak tersebut dibandingkan terhadap kerapatan sediaan baku senyawa yang bersangkutan, yang juga dielusi dalam satu lempeng yang sama (Supardjan, 1988).

Densitometri merupakan salah satu dari metode analisis kuantitatif, telah dilakukan oleh Purdy dan Truter sejak 1963, keduanya menemukan bahwa akar luas bercak berbanding lurus dengan logaritma kadar senyawa yang ada pada bercak kromatogram (Gritter dkk, 1991).

Kunci pengembangan TLC adalah adanya peralatan yang disebut densitometer, yakni suatu peralatan optis yang mengukur intensitas cahaya diabsorpsi atau dipantulkan kembali oleh suatu noda. Prinsip peralatan tersebut didasarkan pada absorpsi-refleksi (lihat gambar 4).



Gambar 4. Prinsip densitometri : absorpsi-refleksi

Apabila pada pelat tidak ada noda, maka cahaya yang jatuh akan dipantulkan sama kuat (a). Tetapi apabila cahaya tersebut dijatuhkan pada bagian pelat dimana terdapat noda dari senyawa, maka sebagian cahaya akan diserap dan intensitas yang dipantulkan akan berbeda dengan intensitas yang datang. Ini adalah prinsip densitometer. Karena tiap noda senyawa mempunyai serapan cahaya yang berbeda, maka apabila panjang gelombang sinar datang berbeda, sinar refleksinya pun berbeda pula. Ini memungkinkan untuk menangkap intensitas refleksi dari cahaya monokromatis dengan panjang gelombang bervariasi. Dengan demikian, pengukuran intensitas cahaya yang direfleksi-absorpsikan dapat dioptimalkan dengan memilih panjang gelombang yang sesuai untuk setiap noda. Peralatan ini disebut *TLC Scanner* dan merupakan alat ampuh untuk analisa kuantitatif dengan persyaratan-persyaratan tertentu, terutama ukuran dan jarak noda-noda pada TLC (Imamkhasani, 1980).

Penetapan kadar suatu senyawa dengan metode ini dilakukan dengan mengukur intensitas warna bercak dari senyawa standar yang dielusi bersama-

sama. Syarat-syarat senyawa standar adalah murni, inert dan stabil (Sastrohamidjojo, 1991).

Alat densitometri mempunyai sumber sinar yang bergerak di atas bercak pemisahan pada lempeng kromatogram yang akan ditetapkan kadar komponennya. Lazimnya lempeng itu digerakkan menyusuri berkas sinar yang berasal dari sumber sinar tersebut. Bercak kecil menghasilkan puncak yang sempit dan tajam, sebaliknya bercak yang lebar dan besar akan menghasilkan puncak kurva yang melebar dan tumpul (Sudjadi, 1988).

Teknik pengukuran pada metode densitometri dapat didasarkan pada pengukuran intensitas sinar yang diserap (absorbansi), intensitas sinar yang dipantulkan (refleksi) atau intensitas yang diflouresensikan. Teknik pengukuran berdasarkan refleksi yaitu sinar datang sebagian dipantulkan dan sebagian diserap, pemantulan ini akan bersifat selektif bila sinar yang digunakan adalah sinar monokromatis, biasanya dipilih sinar pada panjang gelombang yang sesuai dengan warna bercak yang diteliti. Intensitas sinar yang direfleksikan akan diubah menjadi sinyal listrik dan dicatat oleh rekorder sebagai suatu kurva absorbansi, luas kurva setara dengan kadar senyawa yang terdapat pada bercak pemisahan. Gangguan utama pada sistem serapan adalah fluktuasi latar belakang yang dapat dikurangi dengan beberapa cara misalnya dengan menggunakan alat berkas ganda. sistem transmisi dan pantulan secara bersamaan atau sistem dua panjang gelombang (Sudjadi, 1988).

7. Kesahihan Metode Analisis

Kesahihan metode analisis diartikan sebagai suatu prosedur yang digunakan untuk membuktikan bahwa metode analisis tersebut secara taat asas memberikan hasil seperti yang diharapkan dengan cermat dan ketelitian yang memadai. Persoalan analisis pada era modern ini adalah sangat kecilnya kadar senyawa yang dianalisis dan kompleksnya matriks sampel yang dianalisis. Sehingga metode analisis instrumental merupakan metode yang terpilih dan memadai untuk mengantisipasi masalah ini. Untuk maksud pengujian mutu sampel yang dianalisis USP. XXII memberikan pedoman kesahihan metode analisis yang didukung oleh parameter-parameter tersebut dibawah ini :

a. *Kecermatan*

kecermatan metode analisis adalah keterdekatan hasil analisis yang diperoleh dengan memakai metode tersebut dengan harga yang sebenarnya. Penentuan kecermatan metode analisis biasanya dinyatakan dengan persen perolehan kembali terhadap sampel yang kadarnya telah diketahui dengan pasti.

b. *Ketelitian*

Ketelitian suatu metode analisis dinyatakan sebagai simpangan baku atau simpangan relatif dari beberapa kali penentuan kuantitatif terhadap sampel yang dianalisis dengan metode terpilih yang dilaksanakan dengan normal.

c. *Keterulangan*

Keterulangan suatu metode analisis harus dapat diulang terhadap sampel yang sama dan hasil penentuan yang memenuhi persyaratan statistik secara umum.

d. *Sensitivitas*

Sensitivitas suatu metode analisis harus diketahui batas kadar terkecil yang dapat ditentukan untuk analisis kuantitatif yang dikenal sebagai LOD (*limit of detection*). LOD adalah suatu parameter untuk penentuan suatu sampel dengan kadar yang terkecil akan tetapi masih memberikan tanggap detektor yang berbeda dengan pembanding (tanpa sampel). Sedangkan LOQ (*limit of quantitation*) adalah kadar yang terkecil dari sampel yang dapat dianalisis dengan hasil penentuan kuantitatif yang menunjukkan kecermatan dan ketelitian yang memadai.

e. *Rentang kelurusan* atau dikenal sebagai IDR (*Instrumental Dynamic Range*)

Rentang kelurusan IDR yaitu suatu rentangan kadar yang terendah sampai kadar yang tertinggi yang ditentukan metode analisis dan direlasikan dengan tanggap detektor dengan koefisien korelasi yang mendekati harga satu dan sesuai dengan hukum metode analisis yang dipakai. Untuk maksud analisis kuantitatif yang dipakai sebagai parameter yaitu bermacam-macam kadar sebagai absis pada sistem koordinat Cartesian. Sedangkan sebagai ordinat dapat dipakai tanggap detektor yang merupakan :

- serapan radiasi elektromagnetik pada metode spektrofotometri UV-Vis,
- area kromatogram pada KCKT; KG dan KLT-densitometri,
- intensitas fluoresensi pada spektrofotometri fluoresensi.

Kesahihan metode analisis sangat tergantung pada IDR, harga IDR juga tergantung pada kecanggihan alat yang dipakai dan macam molekul yang

dianalisis. Persamaan regresi dari IDR dapat dipakai untuk analisis molekul atau unsur dari berbagai sampel dengan metode sama (Mulja dan Suharman, 1995).

B. Landasan Teori

Kosmetika didefinisikan sebagai suatu sediaan yang dipergunakan untuk memperindah kulit dan rambut, membuat lebih enak dilihat, dibau. Lipstik merupakan golongan kosmetika riasan yang mempunyai komponen utama berupa zat warna. Tidak semua zat warna dapat digunakan untuk kosmetika. Kulit di beberapa bagian tubuh sensitif terhadap warna tertentu sehingga memerlukan warna khusus, seperti kulit sekitar mata, kulit sekitar mulut, bibir, dan kuku. Oleh karena itu dilakukan penelitian mengenai kandungan zat pewarna pada sediaan lipstik. Zat pewarna yang digunakan sebagai standar adalah Merah K3, Merah K10, dan Jingga K1. Ketiga jenis pewarna tersebut merupakan golongan pewarna yang dilarang penggunaannya dalam sediaan kosmetika. Sampel lipstik yang diuji diambil dari lima merk lipstik yang beredar di Jogjakarta, yaitu merk A, B, C, D, dan E.

Metode yang digunakan dalam menganalisis kandungan zat pewarna pada sediaan *lipstick* ini adalah dengan kromatografi lapis tipis - Densitometri. KLT Densitometri adalah cara penetapan kadar suatu senyawa dengan mengukur kerapatan bercak dari senyawa yang bersangkutan yang telah dipisahkan dengan KLT, menggunakan alat KLT densitometer atau *TLC scanner*.

C. Keterangan Empiris

Penelitian ini untuk mendapatkan jawaban apakah lipstick yang beredar di pasaran mengandung zat pewarna yang berbahaya dengan membandingkan menggunakan tiga standar warna, yaitu merah K3, merah K10, dan jingga K1.



BAB III

CARA PENELITIAN

A. Bahan dan Alat

1. Bahan

a. Bahan produk

Bahan produk yang digunakan dalam penelitian ini adalah lipstik merk A, B, C, D dan E yang beredar di Jogjakarta.

b. Bahan baku pembanding

Merah K3, merah K10, dan jingga K1

c. Bahan pelarut

Metanol dan dimetil formamida.

d. Bahan untuk kromatografi lapis tipis

Fase diam : Silika Gel F 254 nm diproduksi *E. Merck*

Fase gerak : I. etil asetat : metanol : ammonia (5 : 1 : 1) v/v

II. n-butanol : etil asetat : ammonia (11 : 4 : 5) v/v

e. Bahan untuk Densitometri

Plat hasil Kromatografi Lapis Tipis

2. Alat

a. Alat untuk pembuatan larutan uji

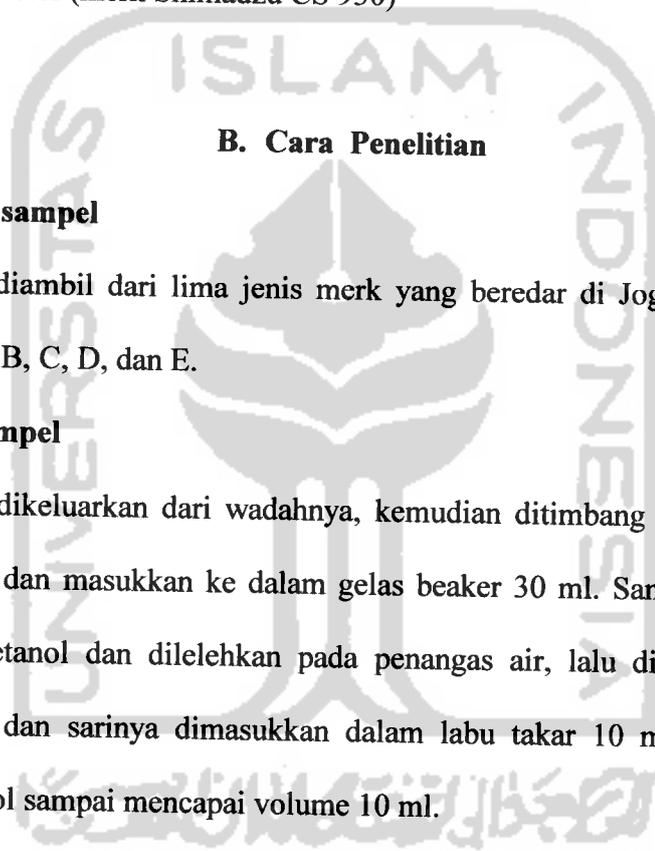
Timbangan (merk Sartorius BP 210), gelas beaker 10 ml, batang pengaduk, corong, kertas saring, labu takar 10 ml, pipet tetes, pipet volume, dan penangas air

b. Alat untuk kromatografi lapis tipis

Mikro syringe, nanomat Camag III, alat pengering rambut (merk Compact), bejana kromatografi (merk Camag), lampu UV 254 nm, dan penggaris.

c. Alat untuk Densitometri

Densitometer (merk Shimadzu CS 930)



B. Cara Penelitian

1. Identifikasi sampel

Lipstik diambil dari lima jenis merk yang beredar di Jogjakarta dengan simbol merk A, B, C, D, dan E.

2. Ekstraksi sampel

Sampel dikeluarkan dari wadahnya, kemudian ditimbang sejumlah lebih kurang 500 mg dan masukkan ke dalam gelas beaker 30 ml. Sampel dilarutkan dalam 5 ml metanol dan dilelehkan pada penangas air, lalu disaring. Bagian ampas dibuang dan sarinya dimasukkan dalam labu takar 10 ml. Selanjutnya ditambah metanol sampai mencapai volume 10 ml.

3. Pembuatan larutan standar

a. Merah K3 atau D&C Red No. 8

Ditimbang sejumlah lebih kurang 5 mg pewarna merah K3, masukkan ke dalam labu takar 10 ml dan tambahkan dimetil formamida sampai tanda.

b. Merah K10 atau D&C Red No. 19

Ditimbang sejumlah lebih kurang 5 mg pewarna merah K10, masukkan ke dalam labu takar 10 ml dan tambahkan metanol sampai tanda.

c. Jingga K1 atau D&C Orange No. 17

Ditimbang sejumlah lebih kurang 10 mg pewarna jingga K1, masukkan ke dalam labu takar 10 ml dan tambahkan dimetil formamida sampai tanda.

4. pembuatan kurva baku

Larutan baku (standar) yang telah dibuat ditotolkan pada lempeng silika gel F₂₅₄ dengan berat yaitu 2,55; 5,1; 7,65; 10,2; dan 12,75 µg. Selanjutnya dielusi pada fase gerak yang sesuai dan dilakukan pembacaan ketebalan spot menggunakan alat densitometer.

5. Analisis Sampel

I. Analisis Kualitatif

Masing-masing sampel yang sudah diekstraksi ditotolkan pada lempeng silika gel F₂₅₄, dengan volume penotolan 5 µl dan dielusi dengan fase gerak yang sama yaitu etil asetat : metanol : ammonia (5 : 1 : 1) v/v. Apabila sampel mempunyai harga R_f yang sama dengan standar, itu berarti sampel mengandung zat pewarna tersebut.

II. Analisis Kuantitatif

Sampel yang mempunyai kandungan pewarna sesuai dengan standar, perlu dilakukan replikasi sebanyak 6 kali. Fase gerak yang digunakan dua macam, yaitu etil asetat : metanol : ammonia (5 : 1 : 1) v/v dan n-butanol : etil asetat : ammonia (11 : 4 : 5) v/v.

Lapisan tipis dari KLT dibaca ketebalan spotnya menggunakan densitometer, selanjutnya dihitung luas areanya dan dimasukkan ke persamaan kurva baku.

III. Pembuatan Recovery

Lip gloss + zat warna yang diteliti dengan jumlah diketahui (misal A)

Proses : Cara kerja Kromatografi Lapis Tipis-Densitometri.

Hasil dari proses (misal B)

$$\text{Recovery} = \frac{B}{A} \times 100 \%$$

C. ANALISIS HASIL

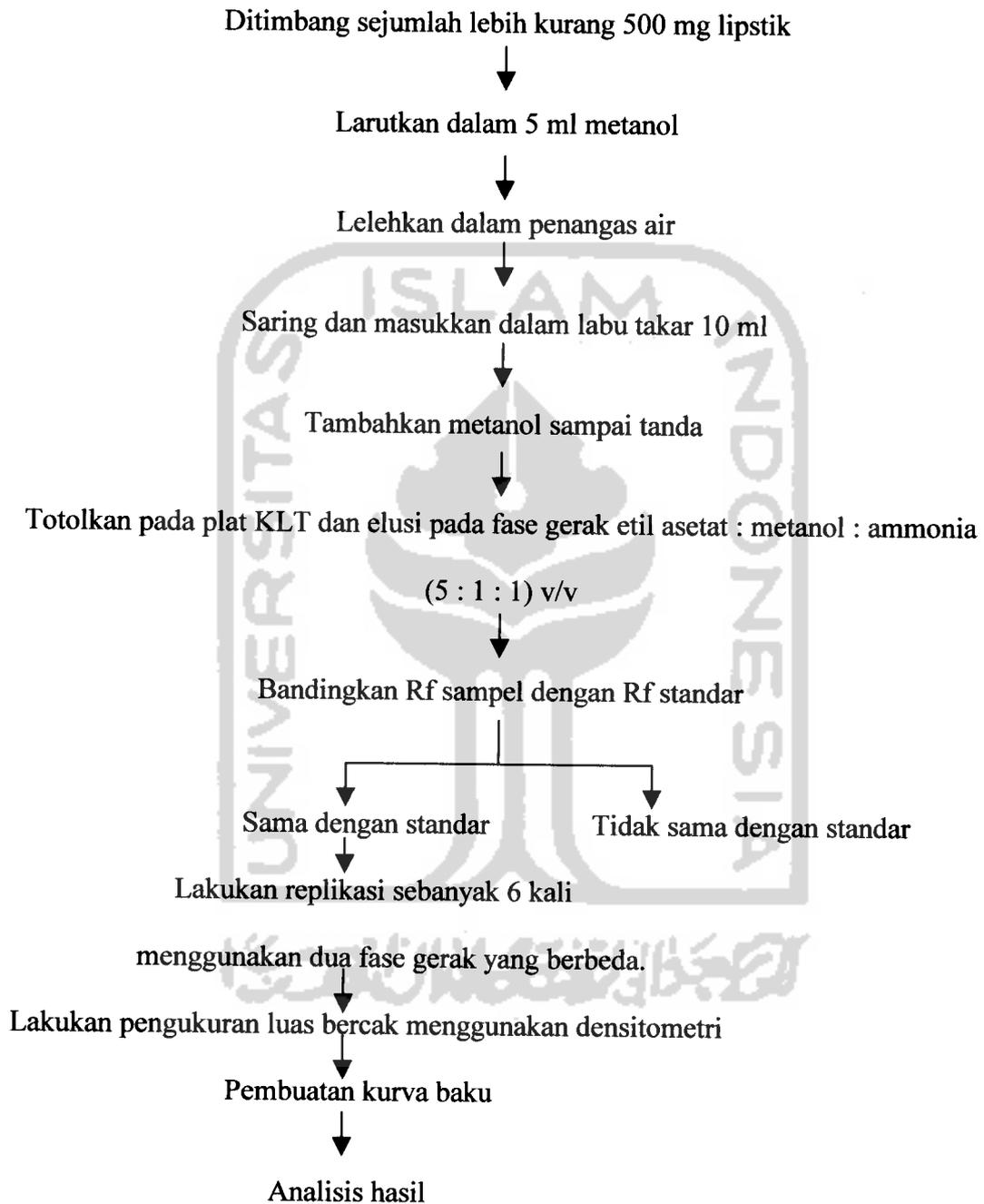
1. Analisis KLT

Bercak yang timbul dilihat dibawah sinar UV 254 nm, dihitung harga R_f masing-masing dan dibandingkan dengan R_f standar.

2. Analisis hasil densitometri

Hasil KLT-densitometri digunakan untuk membuat persamaan kurva baku, penetapan linieritas dan presisi pewarna pembanding, perhitungan kadar pewarna dalam sediaan lipstik dengan membandingkan *Area under the Curve* atau AUC masing-masing bercak.

Secara singkat rencana kerja penelitian ini dapat dibuat skema :



Gambar 5. Skema kerja penelitian

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Identifikasi Lipstik

Sampel lipstik yang digunakan dalam penelitian ini adalah lipstik yang diperoleh dari pasar dan toko yang ada di Jogjakarta. Sampel lipstik terdiri dari lima jenis yang berbeda-beda, baik dari yang bermerk sampai yang tidak bermerk karena untuk mendapatkan variasi data yang maksimal. Jika diambil dari merk yang sama maka kemungkinan tidak akan cukup mewakili dari sekian banyak produk lipstik yang sudah beredar di pasaran. Warna yang dijadikan acuan dalam pencarian sampel lipstik ini adalah merah, karena warna ini pada umumnya sangat sering digunakan oleh masyarakat terutama oleh para wanita untuk mewarnai bibir.

B. Ekstraksi Sampel

Lipstik diekstraksi dengan melarutkannya di dalam metanol. Metanol merupakan turunan alkohol, digunakan sebagai pelarut karena sifatnya yang mudah menguap dan polaritasnya yang tidak terlalu tinggi.

Lipstik tidak mudah larut di dalam metanol bila hanya diaduk-aduk saja, hal ini dikarenakan bahan dasar dari lipstik pada umumnya terdiri atas lilin, minyak dan material lemak lain. Maka untuk memudahkan proses pelarutan lipstik di dalam metanol, perlu dilakukan pemanasan terlebih dahulu

menggunakan penangas air selama beberapa menit. Dengan adanya panas maka lipstik akan meleleh, sehingga lebih mudah untuk dilarutkan dalam metanol.

C. Pembuatan Larutan Standar

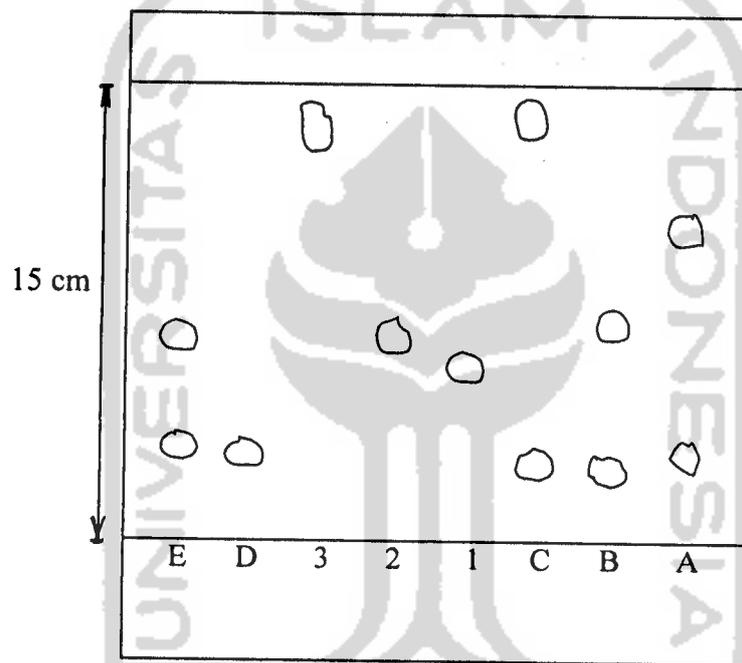
Pewarna merah K3, merah K10, dan jingga K1 mempunyai sifat kelarutan yang berbeda-beda, oleh karena itu pembuatan larutannya disesuaikan dengan sifat kelarutan dari masing-masing pewarna. Pewarna merah K10 mempunyai sifat larut dalam metanol, oleh karena itu untuk pembuatan larutan standar ini menggunakan pelarut metanol. Sedangkan pewarna merah K3 dan jingga K1 mempunyai sifat sedikit dapat larut dalam metanol. Untuk itu pada pewarna merah K3 dan jingga K1 digunakan pelarut lain yang lebih tepat, yaitu dimetil formamida.

D. Analisis Kualitatif

Untuk memastikan ada atau tidaknya kandungan zat pewarna yang berbahaya dalam sampel lipstik, maka dilakukan pemeriksaan pendahuluan secara kromatografi lapis tipis (KLT). KLT merupakan suatu metode yang dapat memisahkan suatu campuran secara sederhana, mudah, cepat, dan menghemat biaya.

Fase diam yang digunakan adalah silika gel siap pakai produksi dari *E. Merck*, karena dianggap memiliki ketebalan dan aktivitas sama. Untuk fase geraknya digunakan kombinasi tiga pelarut, yaitu etil asetat : metanol : ammonia (5 : 1 : 1) v/v. Dari ketiga pelarut tersebut, mempunyai urutan kepolaran dari yang

yang paling tinggi ke rendah yakni amonia – metanol – etil asetat. Sebelum fase gerak digunakan, terlebih dahulu perlu dilakukan penjenuhan menggunakan kertas saring. Tujuan penjenuhan ini adalah untuk mendapatkan hasil pengembangan yang maksimal. Karena derajat kejenuhan dari uap dalam bejana juga merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi gerakan noda dalam KLT yang juga mempengaruhi harga R_f .



Gambar 6. Hasil KLT lima sampel lipstik

Keterangan gambar :

A, B, C D, E : merk lipstik

1 : pewarna merah K3

2 : pewarna merah K10

3 : pewarna jingga K1

Dari hasil KLT kelima sampel lipstik tersebut menunjukkan bahwa tiap totalan sampel tidak hanya menghasilkan satu bercak saja tetapi ada yang menghasilkan bercak lebih dari satu. Hal itu berarti pada setiap sampel lipstik

kemungkinan memiliki kandungan warna lebih dari satu macam, karena dengan kombinasi beberapa macam warna akan menghasilkan produk lipstik yang lebih bagus dan menarik. Sedangkan pada penotolan larutan standar tentu saja hanya menghasilkan satu bercak saja, karena merupakan pewarna tunggal yang sifatnya murni (lihat lampiran 4).

Tabel III. Data kualitatif tiga pewarna standar

Pewarna standar	Harga R_f	Warna bercak yang timbul
Merah K3	0,45	Tanpa penampak bercak : kuning
Merah K10	0,49	Tanpa penampak bercak : merah Dengan UV 254 nm : berfluoresensi kuning
Jingga K1	0,93	Tanpa penampak bercak : jingga

Tabel IV. Data kualitatif kelima sampel lipstik

Merk lipstik	Harga R_f	Warna bercak yang timbul
A	0,22	Merah muda
	0,63	Kuning muda
B	0,20	Merah tua
	0,46	Merah
C	0,21	Merah tua
	0,89	Merah muda
D	0,23	Merah tua
E	0,23	Merah tua
	0,49	Merah, berfluoresensi kuning

Dari data kualitatif yang diperoleh, maka dapat disimpulkan sebagai berikut :

Tabel V. Hasil uji kualitatif zat pewarna dalam sampel lipstik

Merk	Merah K3	Merah K10	Jingga K1
A	-	-	-
B	-	-	-
C	-	-	-
D	-	-	-
E	-	+	-

Dari kelima merk lipstik yang telah diuji kualitatif menunjukkan bahwa hanya ada satu lipstik yang mengandung pewarna berbahaya, yaitu merah K10 pada lipstik merk E (+). Pada lipstik merk ini memberikan harga R_f dan warna yang sama dengan pewarna merah K10.

E. Analisis Kuantitatif

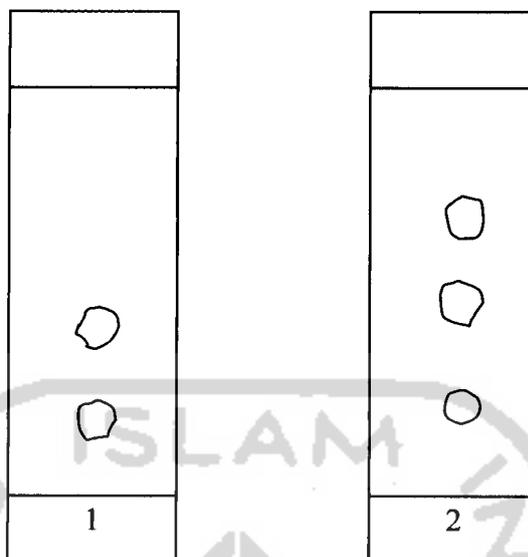
KLT biasanya hanya digunakan untuk semi kuantitatif, tetapi dapat digunakan untuk analisis kuantitatif dengan sistem yang optimum dan penggunaan alat-alat yang terkalibrasi, seperti mikrosiring untuk menggantikan pipa kapiler sehingga volume larutan yang ditotolkan lebih terkontrol. Secara umum untuk menghitung kadar analit dalam sampel, dapat dilakukan dengan mengerok spot dan dilarutkan dengan fase gerak kemudian dideterminasi menggunakan spektrofotometer. Maka dari itu untuk lebih mudahnya digunakan

alat densitometer. Densitometer adalah sebagai pengganti cara perbandingan visual ukuran bercak untuk memperkirakan kadar (lihat lampiran 5).

Dari lima sampel yang telah diuji, ternyata yang mempunyai kandungan pewarna berbahaya menurut tiga standar yang ada terdapat pada lipstik merk E, yakni berupa merah K10. Untuk itu pada lipstik merk E perlu dilakukan pengulangan uji untuk mendapatkan berapa kadar pewarna tersebut. Fase gerak yang digunakan ada dua jenis, yaitu etil asetat : metanol : ammonia (5 : 1 : 1) v/v dan n-butanol : etil asetat : ammonia (11 : 4 : 5) v/v.

Dalam menilai suatu metode analisis itu baik (valid) atau tidak, ada beberapa parameter yang digunakan. Diantaranya adalah ketelitian (*precision*) serta ketepatan (*accuracy*). Pada penelitian ini dilaksanakan enam kali replikasi, dengan tujuan untuk mendapatkan data yang mempunyai presisi baik.

Fase gerak yang digunakan dalam penelitian ini adalah dua jenis, hal ini bertujuan untuk mendapatkan pemisahan yang paling baik. Pada fase gerak etil asetat : metanol : ammonia (5 : 1 : 1) v/v terjadi pemisahan menjadi dua bercak, sedangkan pada fase gerak n-butanol : etil asetat : ammonia (11 : 4 : 5) v/v terjadi pemisahan menjadi tiga bercak. Hal ini menunjukkan bahwa pada fase gerak n-butanol : etil asetat : ammonia (11 : 4 : 5) v/v lebih baik pemisahannya. Pada fase gerak etil asetat : metanol : ammonia (5 : 1 : 1) v/v pemisahannya belum maksimal, kemungkinan masih ada pewarna lain yang terikat dengan pewarna lainnya (lihat gambar 7).



Gambar 7. Hasil KLT lipstik merk E pada fase gerak yang berbeda

Keterangan gambar :

1. Pada fase gerak etil asetat : metanol : ammonia (5 : 1 : 1) v/v
2. Pada fase gerak n-butanol : etil asetat : ammonia (11 : 4 : 5) v/v

Pemilihan fase gerak dalam KLT memang sangat mempengaruhi hasil pemisahan suatu totalan, selain itu juga dapat mempengaruhi harga R_f -nya. Pada fase gerak etil asetat : metanol : ammonia (5 : 1 : 1) v/v pewarna merah K10 memiliki harga R_f yang lebih tinggi dibandingkan pada fase gerak n-butanol : etil asetat : ammonia (11 : 4 : 5) v/v. Hal ini dikarenakan pada kedua fase gerak yang digunakan mempunyai sifat kepolaran yang berbeda.

F. Penentuan Persamaan Kurva Baku

Persamaan kurva baku digunakan sebagai dasar penetapan kadar dari pewarna yang terkandung dalam lipstik. Karena hanya ada satu jenis pewarna

berbahaya yang terkandung dalam sampel lipstik yaitu merah K10, maka pembuatan kurva baku hanya pada pewarna merah K10 saja.

Sebelum pembacaan ketebalan spot dari plat KLT, terlebih dulu dilakukan pemilihan panjang gelombang (*scanning*) yaitu untuk menentukan panjang gelombang maksimum dari pewarna merah K10. Tujuan penentuan panjang gelombang (λ) maksimum ini adalah untuk meningkatkan selektivitas dan sensitivitas pada pembacaan bercak dari sampel, sehingga diharapkan dengan panjang gelombang tersebut diperoleh serapan yang maksimum (lihat lampiran 6).

TABEL VI. Hasil pembacaan densitometer pada penentuan kurva baku pewarna merah K10

Volume penotolan (μl)	Berat standar (μg)	Luas area (10^4 AU mV)
5	2,55	2,493318
10	5,10	4,698631
15	7,65	6,014288
20	10,20	7,980760
25	12,75	9,670820

Setelah dihitung diperoleh persamaan garis lurus dengan memasukkan hubungan antara berat standar (μg) vs luas area (AU mV), maka didapatkan persamaan garis sebagai berikut :

$$y = bx + a, \text{ menjadi } y = 0,6916 x + 0,8804$$

$$y = \text{luas area } (10^4 \text{ AU mV})$$

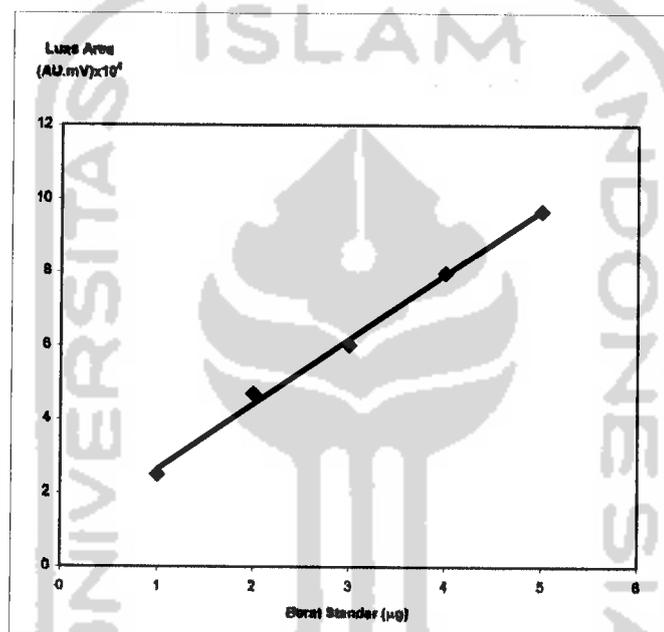
$$x = \text{berat standar } (\mu\text{g})$$

$$a = 0,6916$$

$$b = 0,8804$$

$$r \text{ hitung} = 0,9978$$

Untuk $P = 95\%$ dan $N = 5$, maka $r \text{ tabel} = 0,88$. Karena harga $r \text{ hitung}$ lebih besar daripada harga $r \text{ tabel}$, maka kurva ini mempunyai korelasi linier sehingga bisa digunakan untuk tahap berikutnya.



Gambar 8. Kurva baku merah K10

G. Recovery

Recovery (perolehan kembali) digunakan sebagai uji pendahuluan dalam mengevaluasi ketepatan metode analisis kimia yang digunakan dalam penelitian ini. Dalam penentuan nilai recovery dilakukan replikasi lima kali dan dari kelima data yang diperoleh hanya digunakan tiga data yang terbaik (lihat lampiran 14).

TABEL VII. Hasil perhitungan nilai recovery

Replikasi	Recovery (%)
I	101,9
II	107,6
III	100,6
IV	106,9
V	97,5
Rata-rata	102,9
Standar deviasi	4,3

Dari hasil perhitungan nilai recovery tersebut menunjukkan bahwa metode analisis kimia yang digunakan pada penelitian ini bisa dikatakan cukup tepat, karena mempunyai nilai perolehan kembali $102,9 \pm 4,3$ %. Pada umumnya untuk kadar analit yang semakin kecil memiliki range recovery yang semakin lebar, sebaliknya untuk kadar analit yang besar memiliki range recovery yang sempit.

H. Analisis Kandungan Zat Pewarna Merah K10 dengan Metode Densitometri

Densitometri merupakan cara yang mudah untuk pengukuran bercak pada kromatogram secara langsung, karena tidak memisahkan dari matriks dan analisis untuk beberapa penotolan dapat dibaca sekaligus

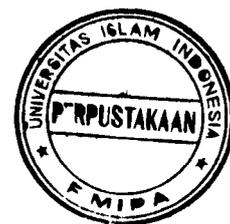
Luas area yang terukur dengan densitometer sangat dipengaruhi oleh bercak yang terjadi pada lempeng KLT. Puncak kromatogram yang tinggi dan

ramping diberikan oleh bercak yang kompak dan tajam, sedangkan puncak kromatogram lebar dan tumpul diberikan oleh bercak yang lebar dan tipis.

Hasil dari pembacaan densitometer untuk sampel lipstik merk E adalah sebagai berikut :

TABEL VIII. Hasil densitometri sampel lipstik merk E

Replikasi	Luas Area (AU mV)
I	16586,91
II	16126,03
III	16245,44
IV	17507,27
V	17633,93



Dari hasil pembacaan densitometer, selanjutnya dikorelasikan dengan persamaan kurva baku untuk menentukan kadarnya (lihat lampiran 12).

TABEL IX. Hasil penetapan kadar pewarna merah K10 dalam lipstik E

Replikasi	Merah K10 (10^3 ppm)
I	4,50
II	4,23
III	4,30
IV	5,03
V	5,11
Rata-rata	4,63
Standar deviasi	0,41

Dari hasil penetapan kadar (lihat tabel IX), telah diketahui bahwa dalam 500 mg lipstik merk E terdapat pewarna merah K10 sejumlah $(4,63 \pm 0,41) \times 10^3$ ppm. Zat pewarna ini telah dilarang penggunaannya sebagai bahan tambahan, obat-obatan dan kosmetika menurut ketentuan Peraturan Menteri Kesehatan RI, No. 445/Men.Kes/Per/V/1998. Itu artinya, bahwa dalam sediaan kosmetika lipstik tidak boleh mengandung pewarna merah K10 walaupun hanya sedikit saja.

Meskipun hanya dioleskan ke kulit bibir, penggunaan bahan pewarna pada kosmetika hendaknya tidak bersifat racun. Sebab kulit juga memiliki fungsi penyerapan/absorpsi terhadap zat-zat di luarnya. Jika ada zat kimia yang menyentuh kulit, maka sebagian akan diserap tubuh. Terlebih jika kulit tersebut dalam keadaan terluka yang memungkinkan proses penyerapan zat kimia oleh kulit pun akan semakin tinggi. Pewarna merah K10 merupakan zat toksik yang perlu diwaspadai. Bahan tersebut dilarang digunakan pada kosmetika karena akan merugikan kesehatan, yaitu dapat menyebabkan gangguan fungsi hati/kanker hati (Lestari, 2004).

Pewarna merah K10 atau terkenal dengan nama *rhodamine B* dikatakan bersifat karsinogenik yang bila kita konsumsi (makanan) dalam jangka panjang dapat membahayakan kesehatan dan menyebabkan penyakit kanker. Walau misalnya, seseorang memakan rhodamine B, dalam jangka waktu pendek tidak akan mengalami keracunan. Akan tetapi satu ketika, setelah kadar senyawa tersebut cukup banyak tertimbun dan melebihi ambang batas, pada saat itulah senyawa yang tertimbun pada tubuh akan berubah sifatnya menjadi "karsinogen"

atau "karsinogenetik" yang antara lain dapat merangsang terjadinya kanker terutama kanker hati (Suriawiria, 2002).



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan

Dari hasil penelitian dapat disimpulkan :

1. Dari kelima sampel lipstik hanya satu yang mengandung zat pewarna berbahaya yaitu merk E.
2. Zat pewarna merah K10 yang terkandung dalam lipstik merk E sejumlah $(4,63 \pm 0,41) \times 10^3$ ppm.

B. Saran

1. Perlu dilakukan analisis kandungan zat pengawet pada jenis kosmetika lipstik.
2. Perlu dilakukan analisis kandungan logam pada kosmetika lipstik.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim, 1989, *Formularium Kosmetika Indonesia*, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta.
- Anonim, 1998, Peraturan Menteri kesehatan RI No. 445/Menkes/Per/V/1998, Jakarta.
- Gritter, R.J., Robbit, J.M., Schwarting, A.E., 1991, *Pengantar Kromatografi*, Edisi II, Penerbit ITB, Bandung.
- Imamkhasani, S., 1980, *Perkembangan Baru Instrumentasi TLC*, Warta Kimia Analitik, Bandung.
- Lestari, T., 2004, *Awas Kosmetika Bisa Picu Alergi dan Iritasi*, <http://icuzzz.blogspot.com/2004/08/awas-kosmetika-bisa-picu-alergi-dan.html#comments> (diakses 1 Agustus 2004).
- Marmion, D.M., 1984, *Hand Book of U.S. Colorants for Foods, Drugs, and Cosmetics*, Second Edition, A. Wiley Interscience Publication John Willey and Sons, New York.
- Mulja, M., Suharman, 1995, *Analisis Instrumental*, Penerbit Airlangga University Press, Surabaya.
- Nater, JP., de Groot AC., Liem DH., 1983, *Unwanted Effects of Cosmetic and Drug Used in Dermatology*, Excerpta Medica, Amsterdam.
- Permatasari, A., 2003, *Kiat Mempercantik Bibir*, <http://www.balipost.co.id/balipostcetak/2003/6/1/tr2.html> (diakses 1 Juni 2003).
- Sastrohamidjojo, H., 1991, *Kromatografi*, Penerbit Liberty, Jogjakarta.
- Senzel, A.W., 1977, *Cosmetic and Toiletry Formulations*, Second Edition, AOAC Washington.
- Sudjadi. Drs, 1988, *Metode Pemisahan*, Edisi II, Penerbit Kanisius, Jogjakarta.
- Supardjan, A.M., 1998, *Pemisahan dan Penetapan Kadar Tetrasiklin dengan Metode KLT-Densitometri*, Laporan Penelitian, Fakultas Farmasi Universitas Gajah Mada, Jodjakarta.
- Suriawiria,U., 2002, *Sudah Sangat Mengkhawatirkan Pengawet Mayat untuk Pengawet Makanan*, <http://www.pikiran-rakyat.com/cetak/0303/20/04/htm> (diakses 3 Maret 2004).

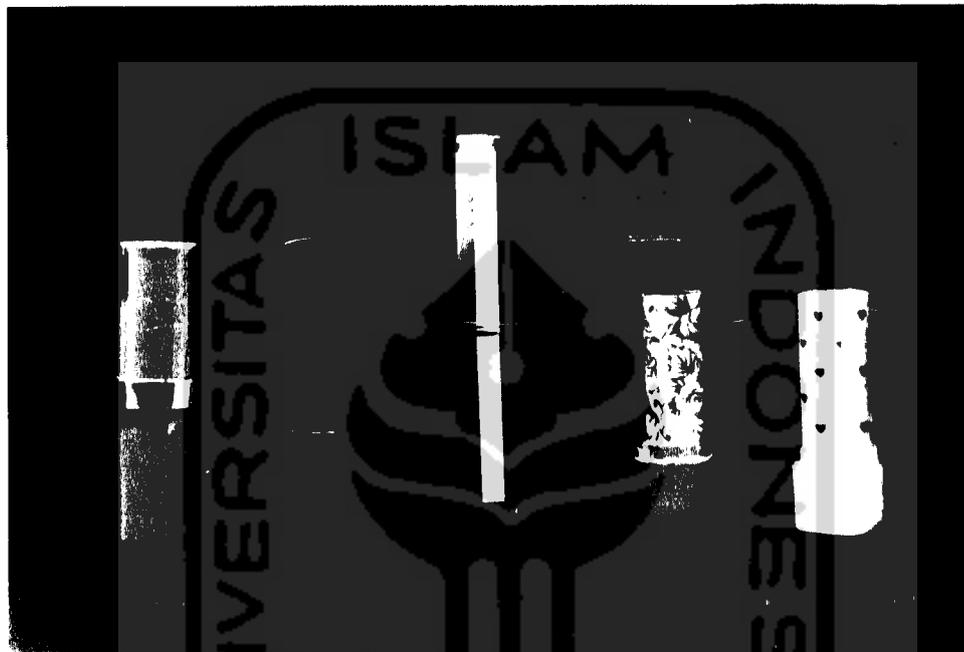
Tranggono, R., 1992, *Kiat Apik Menjadi Sehat dan Cantik*, PT Gramedia Pustaka Utama, Jakarta.

Wasitaatmadja, S.M., 1997, *Penuntun Ilmu Kosmetik Medik*, UI Press, Jakarta.

Young, A., 1974, *Practical Cosmetic Science*, Milles and Boon Limited, London.

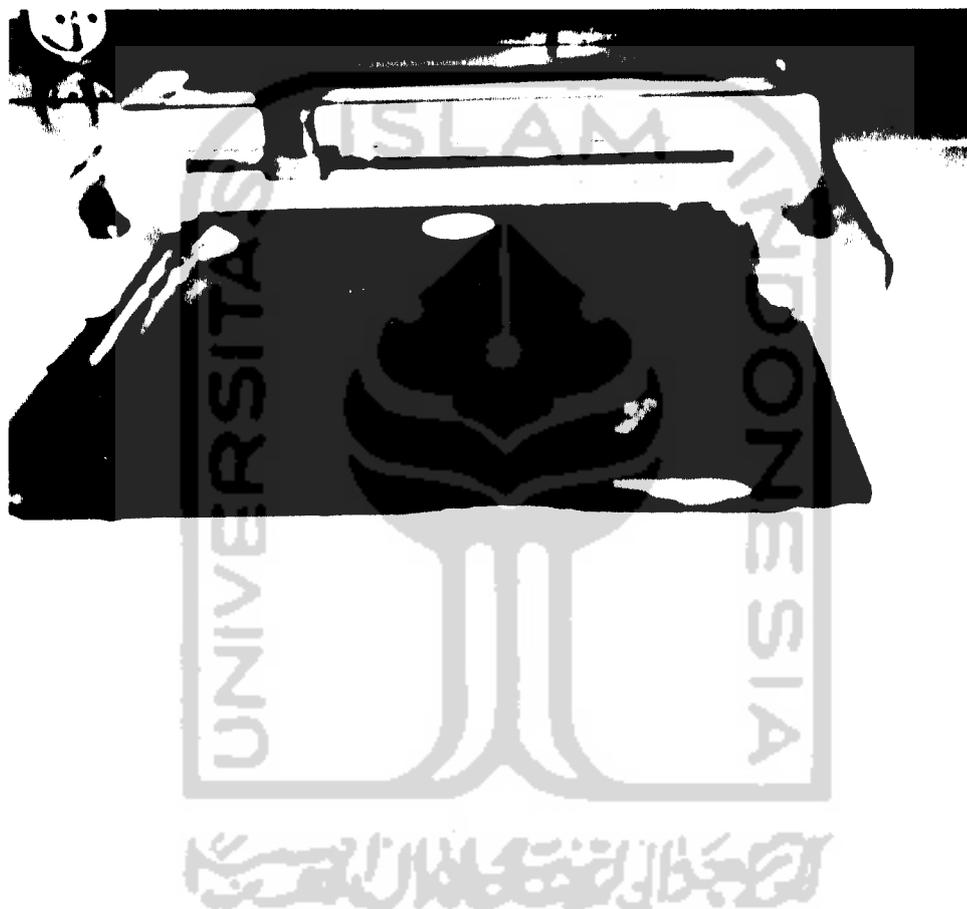


Lampiran 1. Gambar kosmetika lipstik



Gambar 9. Kosmetika lipstik

Lampiran 2. Gambar alat nanomat Camag III



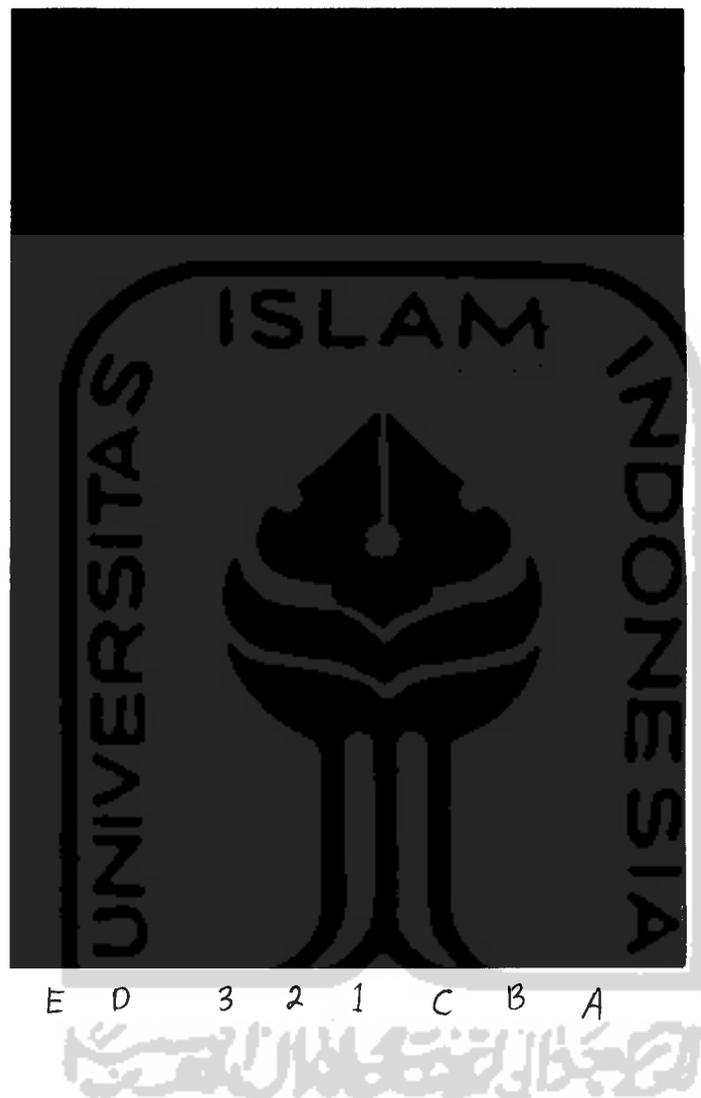
Gambar 10. Alat nanomat Camag III

Lampiran 3. Gambar alat timbangan Sartorius BP 210



Gambar 11. Alat timbangan Sartorius BP 210

Lampiran 4. Gambar kromatogram identifikasi kelima sampel lipstik



Gambar 12. Kromatogram identifikasi kelima sampel lipstik

Keterangan :

Fase diam : silika gel GF 254 nm

Fase gerak : etil asetat : metanol : ammonia (5 : 1 : 1) v/v

Jarak rambat : 15 cm

Sampel : A, B, C, D, E

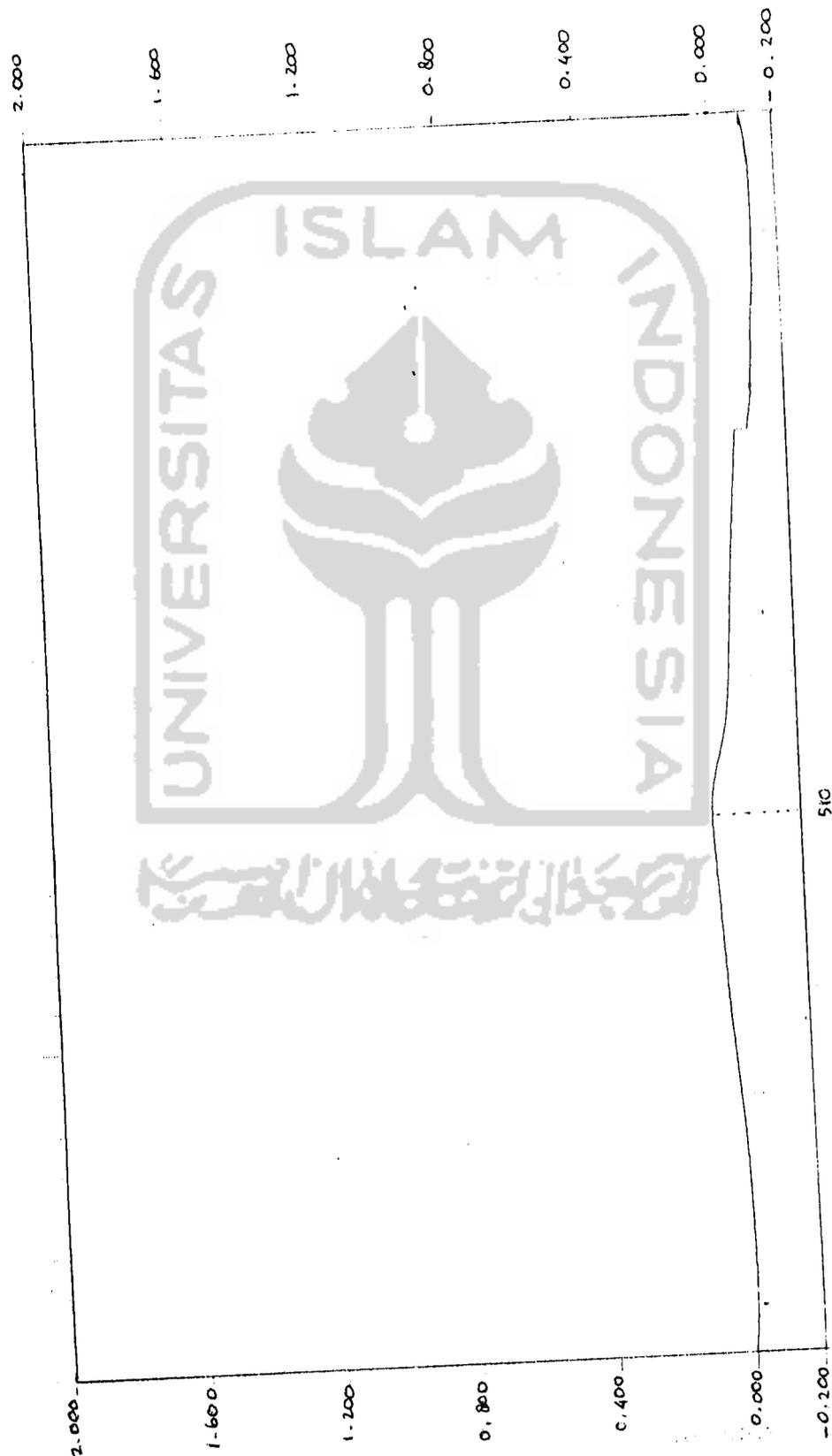
Standar : 1 (merah K3), 2 (merah K10), 3 (jingga K1)

Lampiran 5. Gambar alat densitometri Shimadzu CS 930



Gambar 13. Alat densitometer Shimadzu CS 930

Lampiran 6. Spektra pengukuran panjang gelombang maksimal pewarna merah K10 dengan densitometer



Keterangan :

Panjang gelombang (λ)	Absorbansi
500	0,352
505	0,365
507	0,367
510	0,369
515	0,362
520	0,349
560	0,308

Dapat disimpulkan bahwa pewarna merah K10 memiliki panjang gelombang maksimal pada : 510 nm.



Lampiran 7. Pembuatan larutan baku merah K10

Larutan merah K10 : 5,1 mg/10 ml, diambil 5 seri volume secara bertingkat

1. volume penotolan 5 μ l :

$$\frac{5,1 \text{ mg}}{10 \text{ ml}} \times (5 \times 10^{-3} \text{ ml}) = 2,55 \times 10^{-3} \text{ mg} \rightarrow 2,55 \mu\text{g}$$

2. volume penotolan 10 μ l :

$$\frac{5,1 \text{ mg}}{10 \text{ ml}} \times (10 \times 10^{-3} \text{ ml}) = 5,1 \times 10^{-3} \text{ mg} \rightarrow 5,1 \mu\text{g}$$

3. volume penotolan 15 μ l :

$$\frac{5,1 \text{ mg}}{10 \text{ ml}} \times (15 \times 10^{-3} \text{ ml}) = 7,65 \times 10^{-3} \text{ mg} \rightarrow 7,65 \mu\text{g}$$

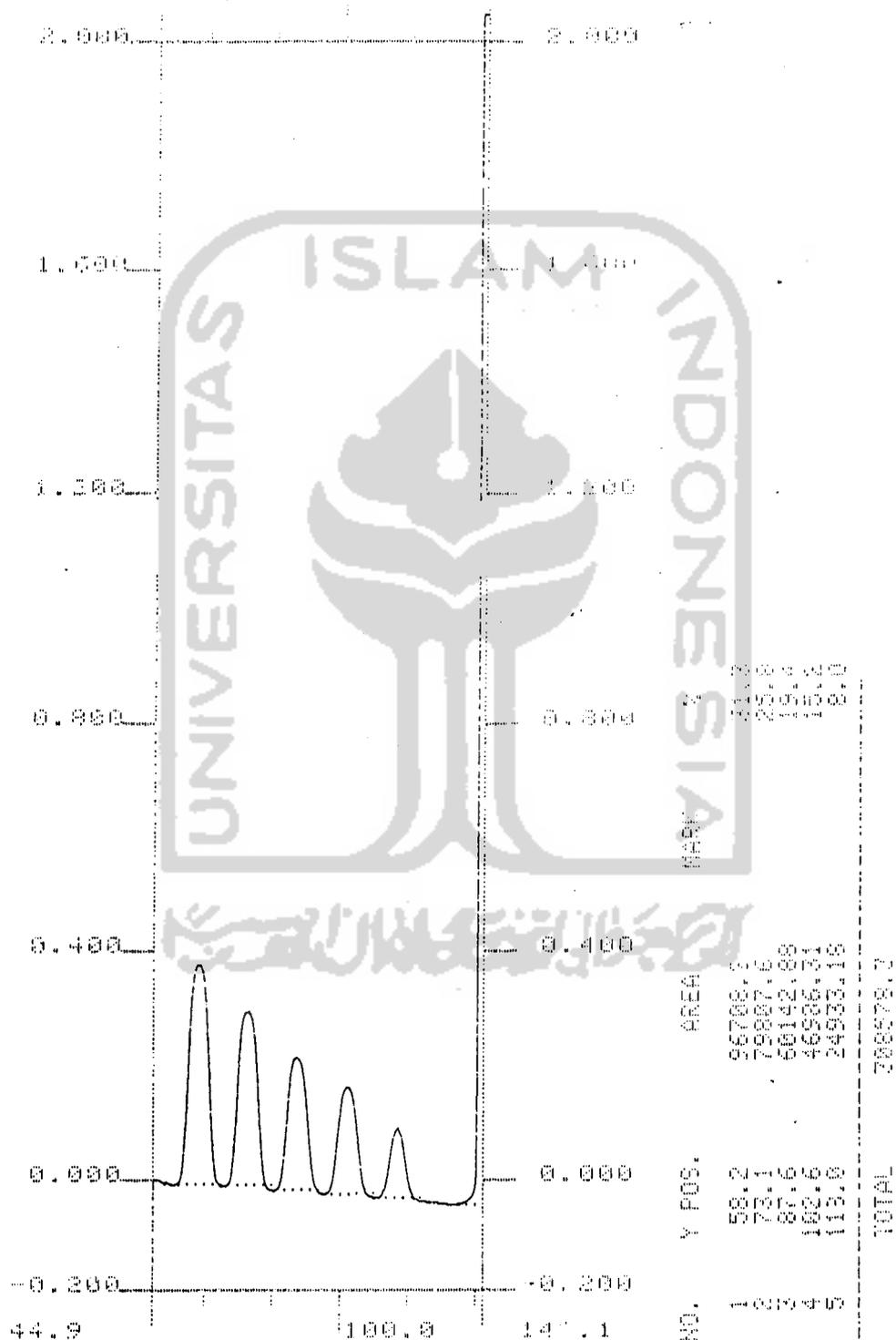
4. volume penotolan 20 μ l :

$$\frac{5,1 \text{ mg}}{10 \text{ ml}} \times (20 \times 10^{-3} \text{ ml}) = 10,2 \times 10^{-3} \text{ mg} \rightarrow 10,2 \mu\text{g}$$

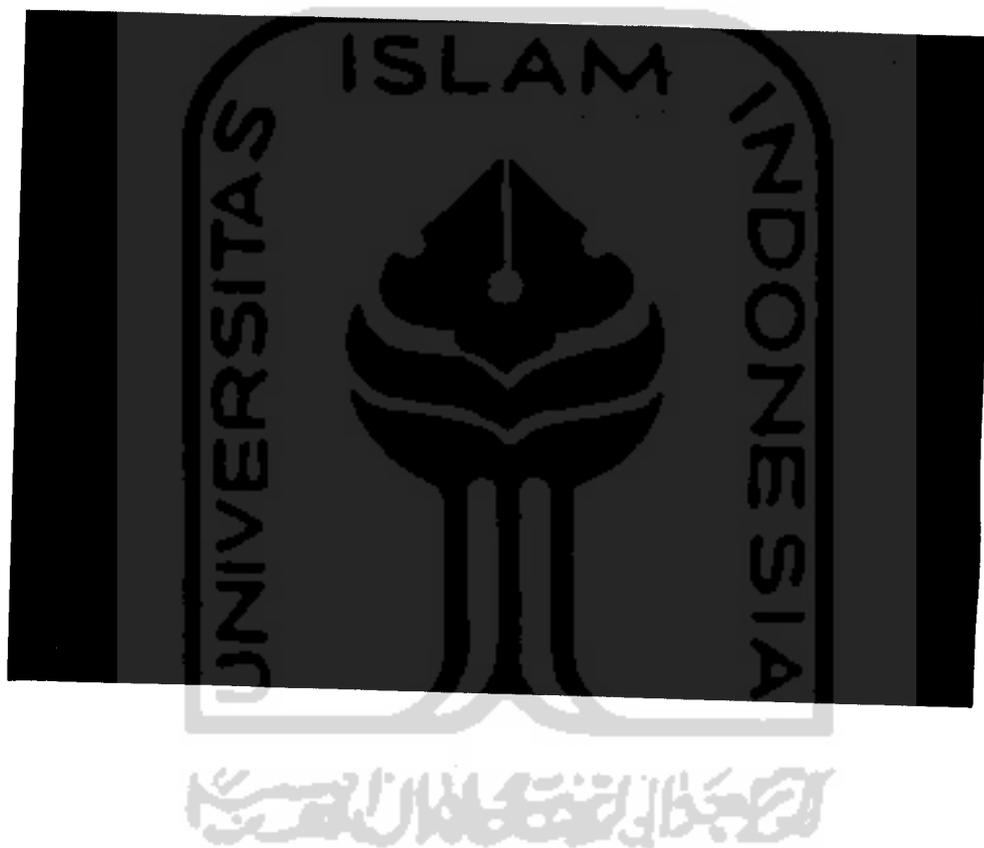
5. volume penotolan 25 μ l :

$$\frac{5,1 \text{ mg}}{10 \text{ ml}} \times (25 \times 10^{-3} \text{ ml}) = 12,75 \times 10^{-3} \text{ mg} \rightarrow 12,75 \mu\text{g}$$

Lampiran 8. Spektra pembuatan larutan baku merah K10

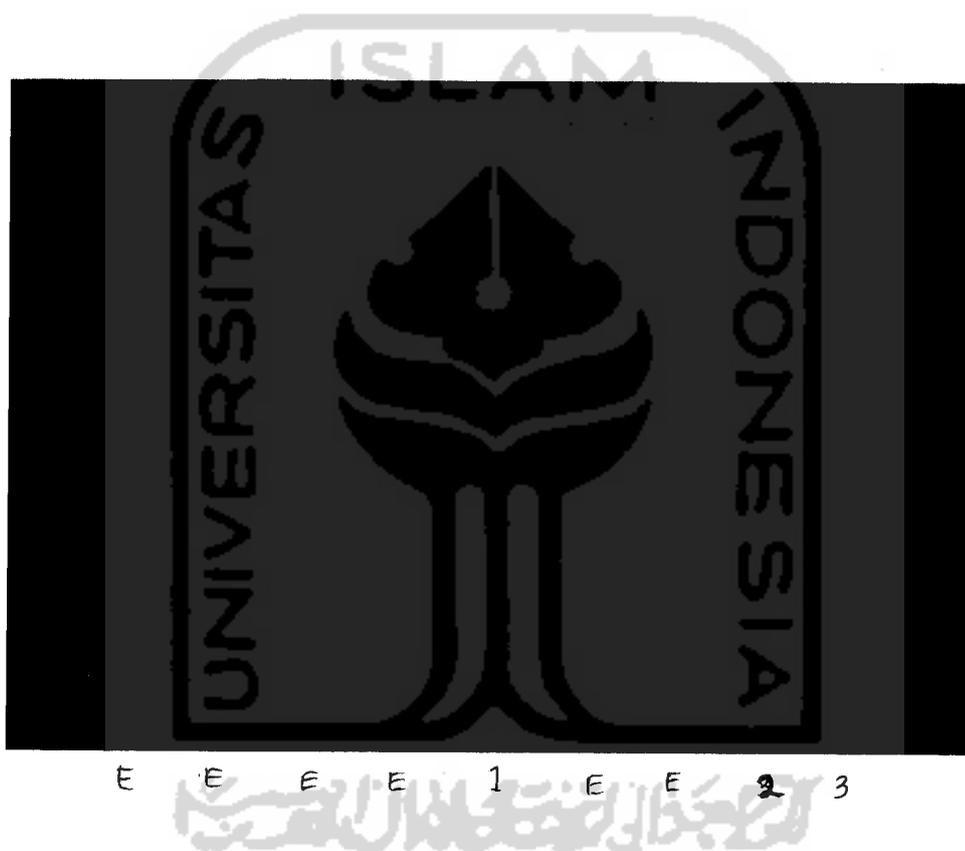


Lampiran 9. Gambar kromatogram lipstik merk E pada fase gerak etil asetat : metanol : ammonia (5 : 1: 1) v/v



Gambar 14. kromatogram lipstik merk E
(fase gerak etil asetat : metanol : ammonia (5:1:1) v/v)

Lampiran 10. Gambar kromatogram lipstik merk E pada fase gerak n-butanol : etil asetat : ammonia (11: 4 : 5) v/v



Gambar 15. kromatogram lipstik merk E
(fase gerak n-butanol : etil asetat : ammonia (11: 4 : 5) v/v)

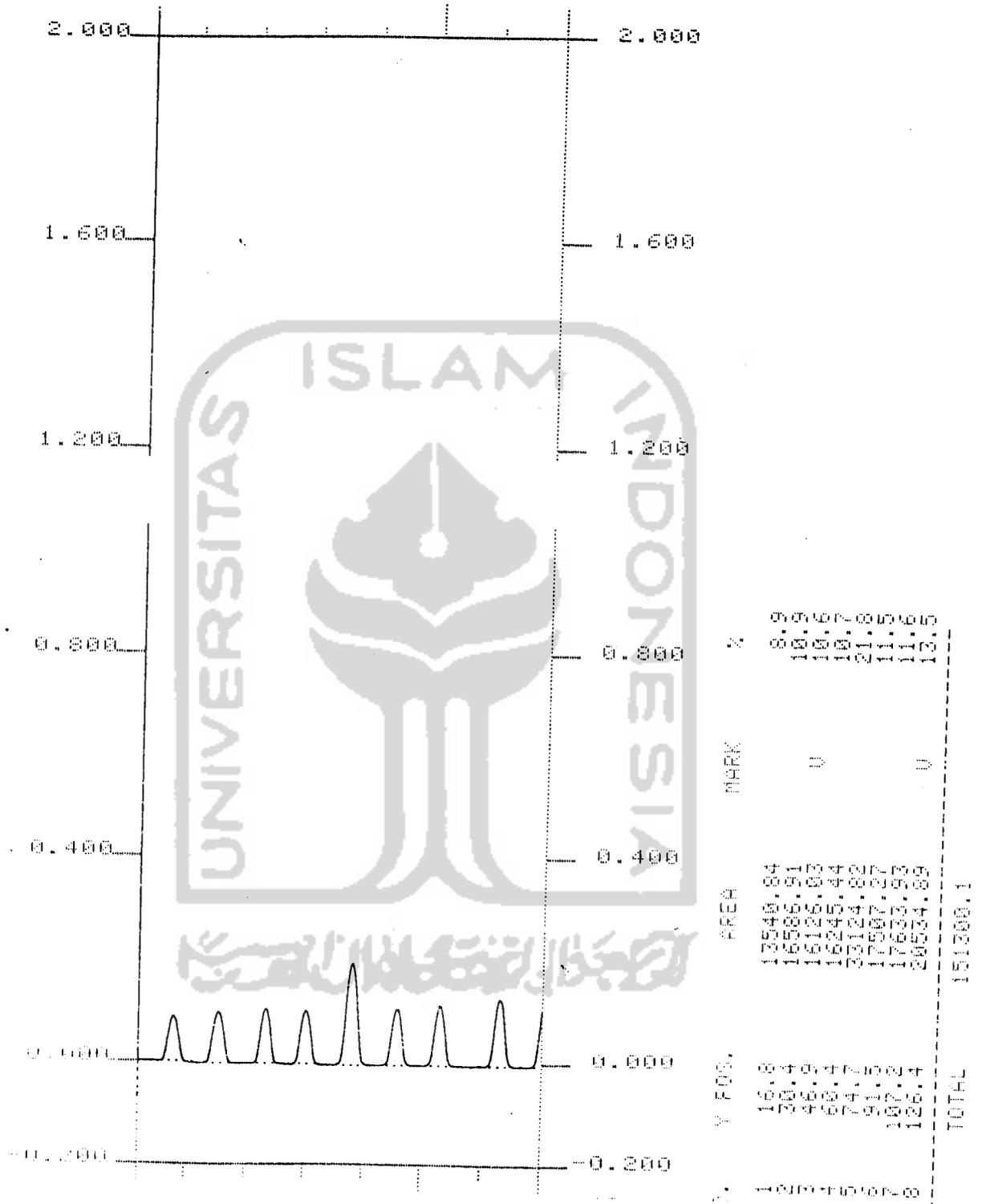
Keterangan :

Sampel : E

Standar : 1(merah K10), 2 (merah K10, merah K3, jingga K1)

Sampel + baku : 3

Lampiran 11. Spektra pengujian sampel merk E dengan enam kali replikasi



Lampiran 12. Contoh perhitungan kadar pewarna merah K10 dalam sampel lipstik merk E

$$y = 0,6916 x + 0,8804$$

$$y = \text{Luas area } (10^4 \text{ AU mV})$$

$$x = \text{Berat pewarna } (\mu\text{g})$$

perhitungan kadar merah K10 :

Replikasi I :

$$1,354084 = 0,6916 x + 0,8804$$

$$x = \frac{1,354084 - 0,8804}{0,6916}$$

$$x = 0,6849 \mu\text{g}$$

$$x = 0,6849 \mu\text{g}/5\mu\text{l}$$

$$x = 0,6849 \mu\text{g}$$

$$\frac{5 \times 10^{-3} \text{ ml}}{500 \text{ mg}}$$

$$x = \frac{136,98 \mu\text{g/ml} \times 10 \text{ ml}}{500 \text{ mg}}$$

$$x = 2,74 \mu\text{g/mg}$$

$$x = 2,74 \mu\text{g}$$

$$10^{-3} \text{ g}$$

$$x = 2,74 \times 10^3 \mu\text{g/g}$$

$$x = 2,74 \times 10^3 \text{ ppm}$$

Lampiran 13. Perhitungan statistik dari hasil data yang diperoleh

1. Hasil penetapan kadar pewarna merah K10 (10^3 ppm) dalam lipstik merk E :

2,74; 4,50; 4,23; 4,30; 5,03; dan 5,11

2. Penolakan data pengamatan melalui tiga uji :

a. Hitung harga rata-rata dan deviasi rata-rata dari lima hasil “baik”.

Hasil (10^3 ppm)	Deviasi
4,50	0,13
4,23	0,40
4,30	0,33
5,03	0,40
5,11	0,48
Rata-rata : 4,63	Rata-rata : 0,35

b. Hitung deviasi hasil yang meragukan dari harga rata-rata dari hasil “baik”.

$$4,63 - 2,74 = 1,89$$

Dengan menggunakan dalil 2.5 d :

$$2.5 \times 0,35 = 0,87 < 1,89 \text{ (dibuang)}$$

Dengan menggunakan dalil 4.0 d :

$$4.0 \times 0,35 = 1,4 < 1,89 \text{ (dibuang)}$$

Dengan uji- Q :

$$Q = \frac{\text{nilai yang dicurigai} - \text{nilai terdekat}}$$

$$\text{Nilai terbesar} - \text{nilai terkecil}$$

$$= \frac{2,74 - 4,23}{5,11 - 2,74}$$

$$5,11 - 2,74$$

$$= \frac{1,49}{2,37}$$

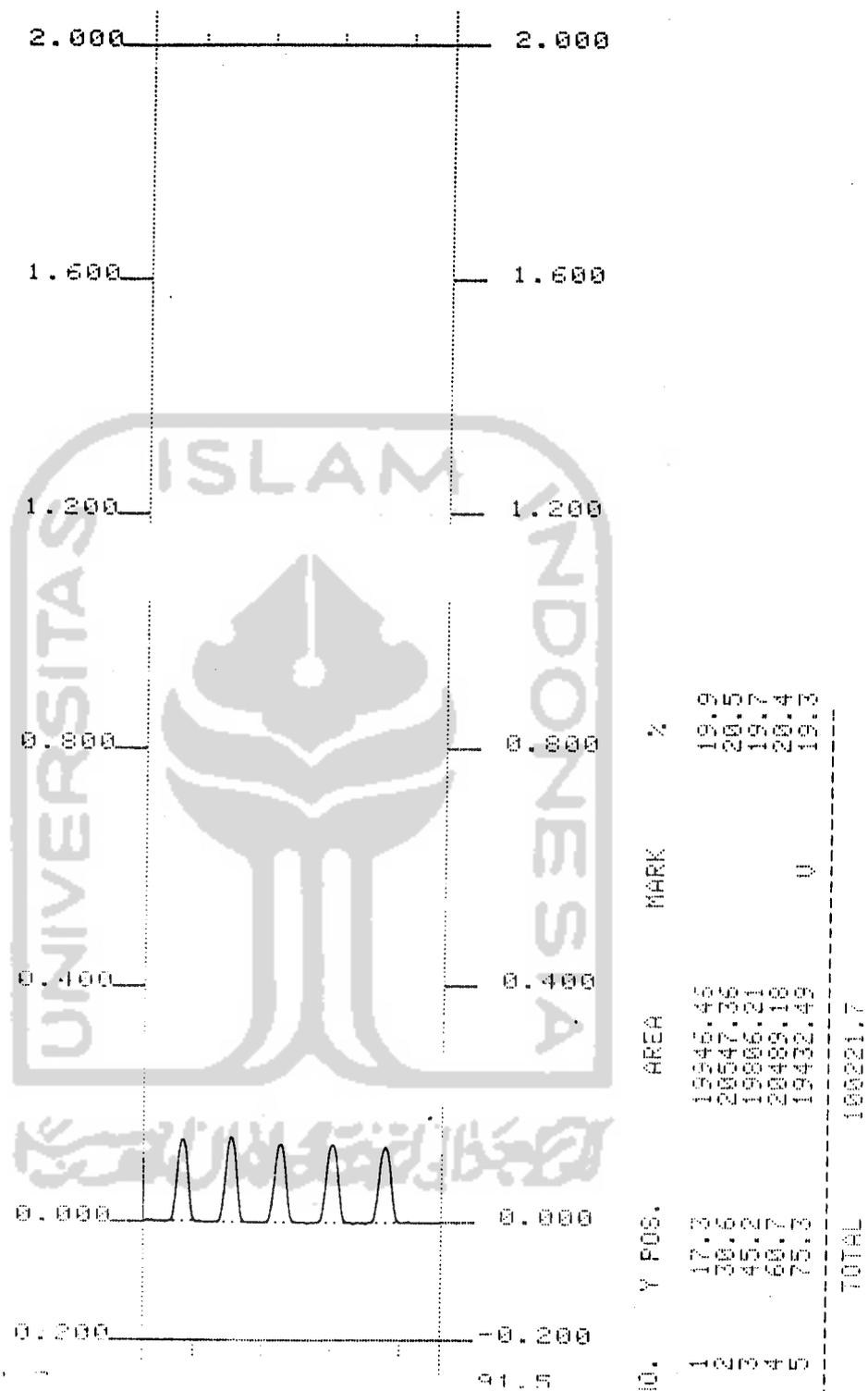
$$= 0,63$$

(karena $Q > 0,56$, maka dibuang)

Dari uji statistik di atas, maka dapat disimpulkan bahwa data $2,74 \times 10^3$ ppm ditolak.



Lampiran 14. Spektra hasil pembuatan recovery



Lampiran 15. Perhitungan recovery

1. Pembuatan recovery :

Larutan stock $21.1 \text{ mg}/20 \text{ ml} = 1.055 \text{ mg/ml}$

Diambil 3 ml untuk recovery dengan lima kali replikasi, maka terdapat :

$3 \text{ ml} \times 1.055 \text{ mg/ml} = 3.165 \text{ mg}$

Lipgloss yang ditimbang sejumlah : 496.8 mg

Keduanya dilarutkan dalam metanol dan dimasukkan dalam labu takar 10 ml :

$3.165 \text{ mg}/10 \text{ ml}$

Selanjutnya diambil sejumlah 5 μl , lalu ditotolkan pada plat KLT dan dibaca luas areanya dengan densitometer.

Bobot yang diketahui : $5 \mu\text{l} \times 3.165 \text{ mg}/10 \text{ ml} = 1.58 \times 10^{-3} \text{ mg}$
 $= 1.58 \mu\text{g}$ (A)

2. Contoh perhitungan bobot dari hasil proses KLT - densitometri : (B)

$$y = 0,6916 x + 0,8804$$

$$y = \text{Luas area} (10^4 \text{ AU mV})$$

$$x = \text{Berat pewarna} (\mu\text{g})$$

Replikasi I :

$$1,994646 = 0,6916 x + 0,8804$$

$$x = \frac{1,994646 - 0,8804}{0,6916}$$

$$0,6916$$

$$x = 1.61 \mu\text{g}$$

3. Perhitungan recovery :

$$\text{Recovery} = \frac{B}{A} \times 100 \%$$

Bobot hasil proses : B (µg)	Bobot yang diketahui :A (µg)	% Recovery
1.61	1.58	101,9
1.70	1.58	107,6
1.59	1.58	100,6
1.69	1.58	106,9
1.54	1.58	97,5

