

Analisis Rhodamin B pada Sediaan Lipstik dan Perona Mata secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi

Dede Komarudin¹, Siva Fauziah², Ratih Pramintari³

^{1,2,3} Program Studi Farmasi, Institut Sains dan Teknologi Al-Kamal
Jl. Raya Kedoya Al Kamal No.2, Kedoya Selatan, Kebon Jeruk, Jakarta 11520
Email : dede.komarudin44@gmail.com¹, sivafauziahmfarm@gmail.com²,
ratihpramintari@gmail.com³

ABSTRAK

Rhodamin B merupakan zat warna sintesis berwarna merah yang sering digunakan pada industri cat dan tekstil, termasuk zat karsinogen bila digunakan dan terakumulasi pada tubuh. Lipstik dan perona mata merupakan jenis kosmetik dekoratif yang memiliki warna merah di dalam seandainya dengan jumlah yang besar. Berdasarkan temuan BPOM masih adanya penyalahgunaan rhodamin b dalam sediaan kosmetik dekoratif maka dilakukan penelitian tentang analisis kandungan Rhodamin B. Untuk identifikasi dan perhitungan kadar rhodamin B pada lipstik dan perona mata dilakukan dengan metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT). Fase gerak yang digunakan adalah asetonitril 95% : larutan dapar diamonium hidrogen posfat 20 mM pH 6 (80:20), kolom Gemini C18, detektor PDA 548nm dengan laju alir 0,71 ml/menit. Sampel yang diuji yaitu lima sampel perona mata dan tiga sampel lipstik. Sebanyak dua dari tiga sampel lipstik mengandung rhodamin B dan semua sampel perona mata mengandung rhodamin B. Kadar Rhodamin B terbesar pada sampel perona mata yaitu 776,98 mg/Kg dan terendah pada sampel lipstik yaitu 4,23 mg/kg.

Kata Kunci

KCKT, lipstik, perona mata, Rhodamin B

ABSTRACT

Rhodamin B is a red synthesis dye that is often used in the cat and textile industries, including carcinogens if used and accumulates in the body. Lipstick and eye shadow are a type of decorative cosmetics that have red color in the preparations in large quantities. Based on BPOM findings there is still an examination of rhodamine b in a decorative cosmetic preparation, a study was carried out on the analysis of Rhodamin B. For the collection and calculation of rhodamin B levels in lipstick and eye shadow, the HPLC method was carried out. The mobile phase used was 95% acetonitrile: 20 mM diamonium hydrogen phosphate buffer solution pH 6 (80:20), Gemini C18 column, 548nm PDA detector with a flow rate of 0.71 ml / min. The samples cited were five eye shadow samples and three lipstick samples. Two of the three lipstick samples contained rhodamine B and all of the eye shadow samples contained rhodamine B. The highest level of Rhodamine B in the eye shadow sample was 776.98 mg / kg and the lowest in the lipstick sample was 4.23 mg / kg.

Key Words

HPLC, lipstick, eye shadow, rhodamine B

Recieved : 01 Oktober 2019
Revised : 14 November 2019
Accepted : 16 November 2019

Pendahuluan

Bagi perempuan memiliki penampilan yang cantik dan menarik merupakan hal yang sangat penting. Kosmetik telah dikenal sejak zaman dahulu kala meski bentuk kosmetik zaman dahulu berbeda dengan masa sekarang. Pada zaman dahulu kosmetik digunakan untuk berbagai tujuan, diantaranya ritual agama, meningkatkan kesehatan, dan menambah aura kecantikan. Dimesir 3500 tahun sebelum masehi (SM) telah digunakan bahan-bahan untuk kecantikan berupa minyak hewan, tumbuh-tumbuhan, rempah-rempah, madu, dan susu.¹

Definisi kosmetik dalam peraturan Menteri Kesehatan RI No. 445/Menkes/Permenkes/1998 adalah sediaan atau paduan bahan yang siap untuk digunakan pada bagian luar badan (epidermis, rambut, kuku, bibir, dan organ kelamin bagian luar), gigi dan rongga mulut untuk membersihkan, menambah daya tarik, mengubah penampilan, melindungi supaya tetap dalam keadaan baik, memperbaiki bau badan tetapi tidak dimaksudkan untuk mengobati atau menyembuhkan suatu penyakit.²

Penggunaan kosmetik saat ini mengalami peningkatan, terutama kosmetik yang berfungsi untuk menambah estetika yang biasa disebut kosmetik dekoratif. Kosmetik dekoratif bertujuan untuk mengubah penampilan agar tampak lebih cantik dan noda-noda atau kelainan pada kulit tertutupi. Contoh kosmetik dekoratif antara lain bedak, lipstik, pemerah pipi, perona mata, *eye liner*, maskara, pensil alis.

Lipstik adalah kosmetik yang diterapkan pada bibir untuk menentukan bentuk dan memberi warna serta perlindungan terhadap lingkungan sekitar bibir.³ Perona mata adalah rias kelopak mata yang dipakai agar kelopak mata terlihat lebih menonjol dan lebih menarik. Dalam kosmetik dekoratif baik lipstik maupun perona mata penggunaan zat warna dan zat pewangi sangat besar.²

Hasil pengawasan selama semester II Tahun 2016, Badan POM berhasil menemukan 39 (tiga puluh sembilan) jenis kosmetika mengandung bahan berbahaya yang didominasi oleh produk kosmetika dekoratif dan produk perawatan kulit. Bahan berbahaya yang teridentifikasi terkandung dalam temuan tersebut antara lain, merkuri, hidrokuinon, asam retinoat, bahan pewarna merah K3, merah K10 (Rhodamin B), dan sudan IV. Badan POM juga menemukan adanya kosmetik tanpa izin edar di pasar tradisional di wilayah Jakarta. Pada umumnya kosmetik seperti lipstik dan perona mata yang dijual di pasar tradisional memiliki harga yang murah akan tetapi masih diragukan untuk kandungan dari produk kosmetik tersebut apakah aman ataukah mengandung bahan berbahaya yang dilarang seperti Rhodamin B. Oleh karena itu perlu dilakukan analisis zat warna yang

digunakan pada sediaan kosmetik lipstik dan perona mata yang beredar untuk memastikan keamanannya agar masyarakat sebagai konsumen kosmetik dapat terhindar dari efek berbahaya zat warna yang dilarang.

Menurut Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan (BPOM) Tahun 2011 metode analisa Rhodamin B dapat dilakukan dengan metode KCKT. Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) merupakan sistem pemisahan dengan kecepatan dan efisiensi yang tinggi karena didukung oleh kemajuan dalam teknologi kolom, sistem pompa tekanan tinggi, dan detektor yang sangat sensitif dan beragam sehingga mampu menganalisa berbagai cuplikan secara kualitatif, baik komponen tunggal maupun campuran.⁴

Metode

Penelitian ini merupakan penelitian ekperimental. Metode yang digunakan dalam menganalisa kadar Rhodamin B yaitu metode KCKT yang terdiri dari 5 sampel perona mata dan 3 sampel lipstik dengan dua kali pengujian (duplo). Analisa kadar Rhodamin B pada sediaan lipstik dan perona mata dilakukan di Laboratorium Saraswanti Indo Genetech Bogor bulan Juni-September 2018. Sampel yang digunakan untuk penelitian adalah lipstik dan perona mata yang tidak teregistrasi Badan Pengawas Obat dan Makanan (BPOM) yang diambil dari toko kosmetik di Pasar Jatinegara. Sampel diambil dari beberapa toko kosmetik yang tersebar di Pasar Jatinegara. Sampel yang diambil dengan warna merah muda kemerahan dan merah muda keunguan. Sampel terdiri dari 8 sampel yaitu 5 sampel perona mata dan 3 sampel lipstik.

Tabung reaksi, rak tabung, erlemeyer, batang pengaduk, penyaring membran PTFE, kertas saring, tangas air, tangas ultrasonik, penyaring nylon, detector *Photo Diode Array* (PDA), peralatan KCKT, Aqua destilata, N,N-Dimetilformamida (DMF), baku standar Rhodamin B, Asetonitril, larutan dapar diamonium hidrogen posfat.

Timbang seksama Rhodamin B sebanyak 25 mg, masukkan ke dalam labu ukur 25 ml, larutkan dengan N,N-Dimetilformamida (DMF) sonikasi hingga larut. Encerkan dengan N,N-Dimetilformamida (DMF) sampai tanda tera kemudian homogenkan.

Dipipet sebanyak 0,10 ml larutan standar 1000 ppm dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml. Encerkan dengan N,N-Dimetilformamida (DMF) sampai tanda tera, homogenkan. Dipipet larutan sebanyak 0,5 ml, 1 ml, 1,5 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml, dan 5 ml ke dalam labu ukur 10 ml tambahkan dengan N,N-Dimetilformamida (DMF) sampai tanda tera, kocok sampai homogen. Larutan kemudian di saring dengan milipore 0,45 µm. Injeksikan ke dalam sistem HPLC.

Timbang sebanyak ± 2 gram sampel lipstik dan

perona mata, masukkan ke dalam labu ukur 25 ml. Larutkan dengan N,N-Dimetilformamida (DMF), ultrasonik hingga larut himpitkan sampai tanda tera kocok hingga homogen. Disentrifuge larutan sampel selama ± 2 menit dengan kecepatan 14000 rpm. Diambil larutan bening dan saring menggunakan milipore 0,45 μm . Injeksikan ke dalam sistem HPLC. Sampel diidentifikasi dengan membandingkan waktu retensi baku Rhodamin B dengan waktu retensi sampel.⁹

Larutan sampel yang telah diidentifikasi mengandung Rhodamin B dihitung kadarnya dengan rumus¹⁰ :

$$\frac{(\text{Area-Intercept}) \times \text{Fp} \times \text{vol. Akhir}}{(\text{Slope} \times \text{Bobot Sampel})}$$

(Slope x Bobot Sampel)

Hasil

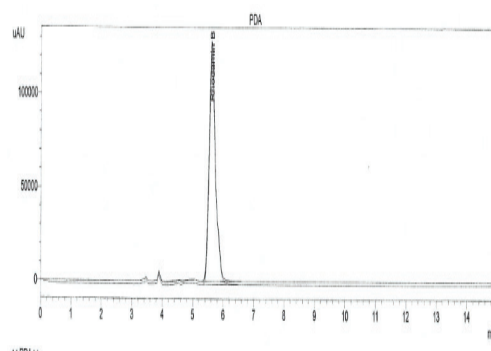
Sampel perona mata dan lipstick dikumpulkan dari beberapa pedagang kosmetik yang tersebar di Pasar Jatinegara. Untuk sampel perona mata dipilih 5 sampel dan lipstick 3 sampel. Sampel perona mata terdiri dari 4 merek berbeda dan sampel lipstick 3 merek berbeda. Semua sampel yang dipilih pada pengujian ini yang tidak memiliki nomor registrasi Badan POM. Pada sampel perona mata dipilih sampel dengan warna merah muda sampai keunguan dan sampel lipstick dipilih dengan warna merah muda dan merah. Dari masing-masing sampel dikumpulkan 20 gram untuk dilakukan pengujian duplo.

Uji kesesuaian sistem digunakan untuk memverifikasi bahwa sistem kromatografi cukup untuk diterapkan dalam analisis. Kesesuaian sistem KCKT dilakukan untuk melihat daya elusi dan waktu retensi yang diperoleh.¹¹ Uji kesesuaian sistem dilakukan dengan menyuntikkan larutan baku kedalam sistem KCKT sebanyak 6 kali pengulangan kemudian dihitung %RSD, waktu retensi dan luas area dari baku Rhodamin B.

Tabel 1. Kesesuaian sistem KCKT

Parameter	Kondisi metode
Detektor	PDA 300-800 nm, UV Vis 480 nm
Fase gerak	dan 548 nm Asetonitril 95%:dapar diamonium
Laju alir	hidrogen posfat 10 nM pH 6,0 (80:20) 0,71 ml per menit
Kolom	Gemini C18
Volume injeksi	20 μL

Kromatogram kesesuaian sistem KCKT dapat dilihat pada Gambar 1 berikut ini.

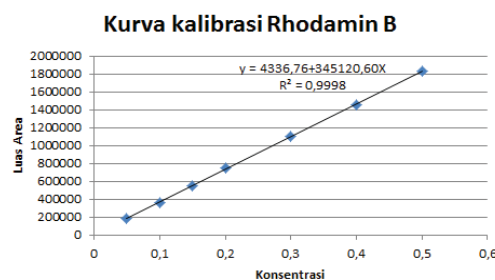


Gambar 1. Kromatogram Baku Standar Rhodamin B

Parameter uji kesesuaian sistem yang didapat yaitu:

Waktu retensi	: 5,611 menit
Luas area	: 1826564.28
Telling factor (<2%)	: 1,374%
Theoretical plate (>1000)	: 3648
% SDR RT (<2%)	: 0,088%
% SDR area (<2%)	: 0,050%

Dari hasil parameter yang didapat diatas maka sudah memenuhi persyaratan yang ditentukan.

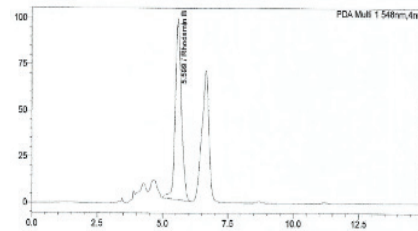


Gambar 2. Kurva Kalibrasi Rhodamin B

Uji linieritas kurva kalibrasi Rhodamin B dilakukan dengan menggunakan 7 konsentrasi larutan baku Rhodamin B kemudian larutan baku diinjeksikan kedalam sistem KCKT setelah itu dibuat kurva antara konsentrasi analit (x) terhadap luas area (y). Selanjutnya ditetapkan kurva linier: $y = a + bx$, dimana a adalah *intersept* (perpotongan garis dengan sumbu y) dan b adalah *slope* (kemiringan garis regresi). Kelinieran kurva ditentukan dengan menghitung koefisien korelasi (r). Berdasarkan hasil evaluasi kalibrasi larutan baku Rhodamin B diperoleh persamaan regresi linier $y = 4336,76 + 345120,60x$. Nilai koefisien korelasi yang diperoleh yaitu 0,9998 dimana nilai korelasi yang baik adalah $r = \geq 0,99^8$. Dari hasil pengukuran linieritas rhodamin B diperoleh nilai r mendekati 1, hal tersebut menunjukkan bahwa terdapat korelasi yang baik antara analit dan respon.

Tabel 2. Hasil Identifikasi Sampel Perona Mata

Sampel	Uji	TR (menit)	Rata-rata TR	AUC	Kesimpulan
A	I	5,606	5,61	517493,28	Terdeteksi
	II	5,614			
B	I	5,601	5,605	526430,14	Terdeteksi
	II	5,610			
C	I	5,578	5,578	500544,03	Terdeteksi
	II	5,578			
D	I	5,586	5,579	1194588,32	Terdeteksi
	II	5,571			
E	I	5,599	5,596	1596140,51	Terdeteksi
	II	5,593			



Sampel E

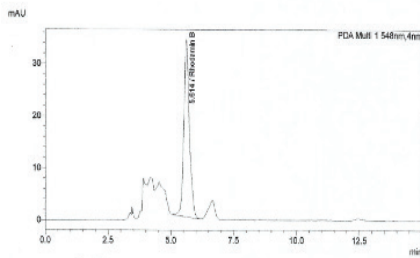
Gambar 3. Kromatogram sampel perona mata

Rhodamin B pada sampel A, B, C, D, dan E memiliki waktu retensi yang sama dengan baku standar Rhodamin B yaitu sekitar 5,6 menit. Hal ini dapat menunjukkan bahwa kesemua sampel perona mata mengandung Rhodamin B.

Tabel 3. Hasil identifikasi sampel lipstik

Sampel	Uji	TR (menit)	Rata-rata TR	AUC	Kesimpulan
1	I	5,597	5,586	517493,28	Terdeteksi
	II	5,575			
2	I	-	-	526430,14	Tidak Terdeteksi
	II	-			
3	I	5,585	5,592	500544,03	Terdeteksi
	II	5,599			

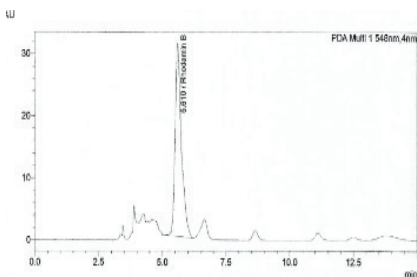
Rhodamin B pada sampel 1 dan 3 memiliki waktu retensi yang sama dengan baku standar Rhodamin B yaitu sekitar 5,6 menit. Hal ini dapat menunjukkan bahwa dua dari ketiga sampel lipstik mengandung Rhodamin B.



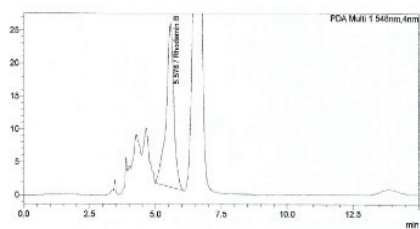
Sampel A

Tabel 3. Kadar Rhodamin B sampel perona mata

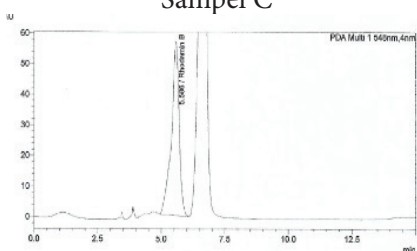
Sampel	Uji	Kadar (mg/kg)	Rata-rata Kadar	Kesimpulan
A	I	769,14	776,98	Mengandung Rhodamin B
	II	784,82		
B	I	183,52	182,71	Mengandung Rhodamin B
	II	181,90		
C	I	171,08	167,99	Mengandung Rhodamin B
	II	164,89		
D	I	412,89	411,88	Mengandung Rhodamin B
	II	410,86		
E	I	515,04	514,31	Mengandung Rhodamin B
	II	513,57		



Sampel B



Sampel C



Sampel D

Kadar Rhodamin B terbesar terdapat pada sampel perona mata A. Jika diurutkan dari sampel dengan kadar terbesar ke kadar terendah maka urutannya yaitu sampel perona mata A, E, D, B, C. Jika dilihat secara makroskopik sampel A, E dan D memiliki warna pink cerah keunguan, sampel B bewarna pink pucat dan sampel C pink kemerahan. Kadar Rhodamin B pada lipstik terbesar terdapat pada lipstik 1 dan terendah pada lipstik 2. Secara makroskopik lipstik 1 memiliki warna pink dan lipstik 3 pink kemerahan.

Pembahasan

Dari hasil pengujian yang dilakukan didapatkan kelima sampel perona mata positif mengandung Rhodamin B. Sampel positif adalah

sampel dengan warna merah muda sampai keunguan yang tidak memiliki nomor registrasi BPOM. Hal ini serupa dengan penelitian yang dilakukan Rachmawati (2017) dimana dari 6 sampel perona mata yang diuji kesemuanya positif mengandung Rhodamin B.¹²

Hasil pengujian pada sampel lipstik dari ketiga sampel yang diuji, dua sampel positif mengandung Rhodamin B. Sampel positif yaitu lipstik yang memiliki warna pink dan pink kemerahan serta tidak memiliki nomor registrasi BPOM. Hasil penelitian ini menguatkan dari penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Jusnita (2017) dimana dari 25 sampel lipstik yang diuji 4 diantaranya positif mengandung Rhodamin B.¹³ Begitu juga penelitian yang dilakukan oleh Syakri (2017) dimana dari 6 sampel yang diuji satu diantaranya positif mengandung Rhodamin B.¹⁴ Hasil serupa juga dilakukan pada penelitian Afriyeni (2016) dimana dari 5 sampel yang diuji satu sampel positif mengandung Rhodamin B.¹⁵ Akan tetapi, hasil penelitian yang dilakukan oleh Nur Hasanah (2014) menunjukkan dari 7 sampel lipstik dan 4 sampel perona mata kesemuanya memiliki hasil negatif mengandung Rhodamin B.¹⁶

Hal ini menunjukkan bahwa masih terdapat kosmetik berbahaya yang beredar di pasaran. Hal tersebut dapat terjadi karena masih tingginya permintaan pasar akan kosmetik murah dengan merek ternama (kosmetik palsu). Produk tersebut mengandung bahan berbahaya dengan ciri memiliki warna yang mencolok, terlihat tidak homogen, tidak mencantumkan kode produksi, komposisi bahan dan nomor registrasi kosmetik.

Kesimpulan

Sampel perona mata yang terdeteksi mengandung Rhodamin B adalah sampel perona mata A, B, C, D, dan E dan untuk sampel lipstik yang terdeteksi mengandung Rhodamin B adalah sampel lipstik 1 dan 3. Analisis kuantitatif sampel yang mengandung Rhodamin B paling besar adalah sampel perona mata A sebesar 776,98 mg/Kg dan kadar Rhodamin B paling kecil pada sampel lipstik sebesar 4,23 mg/Kg.

Daftar Pustaka

1. Agoes Goeswin. Sediaan Kosmetik. Jakarta: ITB; 2008. h.1-9,57, 407,392-399.
2. Tranggono Iswary.,Latifah. Buku Pegangan Ilmu Pengetahuan Kosmetik.
3. Engasser, P.G. Lip Cosmetic. Dermatologic Clinics; 2000. h.641-649.
4. Republik Indonesia. Pengaturan Badan Pengawasan Obat dan Makanan RI. Tentang Metode Analisis Kosmetika No. HK. 03.1.23.08.11.07331. Jakarta; 2011.
5. Republik Indonesia. Peraturan Kepala Badan Pengawasan Obat dan Makanan Nomor 18 Tahun 2015 tentang Persyaratan Teknis Bahan Kosmetika; 2015.
6. Wang C.C, Masi A.N, Fernandez L. On-Line micellar-enhanced spectrofluorometric determination of rhodamine dye in cosmetics. Talanta; 2007. h.75, 135-140.
7. Rohman Abdul. Kromatografi Untuk Analisis Obat. Yogyakarta: Graha Ilmu; 2009. h.111.
8. AOAC. Guideline For Dietary Supplements and Botanicals. Association Of Official Analytical Chemists; 2013. h.3-9.
9. Snyder, L.R., Kirkland, J.J. and Glajch, J.L. *Practical HPLC Method Development, 2nd ed*, John Wiley & Sons, Hoboken: New Jersey; 1997. h.60-70.
10. Gandjar Ibnu Gholib. Kimia Farmasi Analisis. Yogyakarta: Pustaka Pelajar; 2011. h.378-379
11. Dionex Application. *Fast HPLC Analysis of Dyes in Foods and Beverages*. Dionex Corporation. Note 245; 2010
12. Rachmawati. Identifikasi Zat Warna Rhodamin B Pada Kosmetik Pemerah Pipi dan *Eye Shadow* Dengan Metode KLT Dan KCKT. Bandung: Jurnal Farmasi Galenika. Vol.01,No.02; 2017. h.76
13. Jusnita. Identifikasi Rhodamin B Pada Sediaan Lipstik Yang Beredar Di Pasar Jakarta Utara Dengan Metode KLT. Jakarta: Indonesia Natural Research Pharmaceutical Journal Universitas 17 Agustus 1945. Vol.01,No.02; 2017. h.3
14. Syakri. Analisis Kandungan Rhodamin B Sebagai Pewarna Pada Sediaan Lipstik Impor Yang Beredar Di Kota Makassar. Makassar: JF FIK UINAM. Vol.05,No.01; 2017. h.44.
15. Afriyeni. Identifikasi Zat Warna Rhodamin B Pada Sediaan Lipstik Berwarna Merah Yang Beredar Di Pasar Raya Padang. Padang:Jurnal Farmasi Higea. Vol.08,No.01; 2016. h.62.
16. Nur Hasanah. Identifikasi Rhodamin B Pada Produk Pangan dan Kosmetik Yang Beredar Di Bandung. Bandung: Jurnal Ilmu kefarmasian Indonesia. Vol.12,No.01; 2014. h.108.