

IDENTIFIKASI ZAT WARNA RHODAMIN B PADA KOSMETIK PEMERAH PIPI DAN *EYE SHADOW* DENGAN METODE KLT DAN KCKT

Winasih Rachmawati¹, Sophi Damayanti², Adi Mulyana¹
winasih@stfb.ac.id

¹Sekolah Tinggi Farmasi Bandung, ²Sekolah Farmasi ITB

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. Kosmetik pemerah pipi dan *eye shadow* merupakan jenis kosmetik dekoratif yang memiliki warna merah di dalam sediaannya. Identifikasi rhodamin B pada kosmetik pemerah pipi dan *eye shadow* dilakukan dengan metode KLT dan metode KCKT. Fase gerak yang digunakan pada metode KLT adalah etil asetat – n-butanol – amoniak 25% (20:55:25, v/v/v) dengan nilai Rf 0,86. Kemudian dilanjutkan dengan metode KCKT menggunakan kolom C₁₈Phenomenex (3,90 x 150 mm, 10µm), detektor ultravioletvisible pada 554 nm dan fase gerak asetonitril – metanol – air (47:47:6, v/v/v) dengan laju alir 1,4 mL/menit. Batas deteksi dan batas kuantisasi yang diperoleh berturut-turut adalah 0,45 dan 1,49µg/mL. Sebanyak tigadari enam sampel kosmetik pemerah pipi mengandung rhodamin B dan semua sampel kosmetik *eye shadow* mengandung rhodamin B.

Kata kunci : KCKT, KLT, *eye shadow*, pemerah pipi, Rhodamin B.

ABSTRACT

Rhodamine B is a synthetic red in paint and textile industry which is conclude as carcinogenic and being accumulated in the body. Cosmetics such as blush on and eye shadow is decorative cosmetics giving redish color and has a red color in the preparate. Identification of rhodamine B in blush on and eye shadow was conducted using TLC and HPLC. The mobile ammonia– n-butanol –phase in TLC method was mixture of ethyl acetate 25% (20:55:25, v/v/v) with Rf value of 0.86. HPLC was then further used –to analyze at a wavelength 554 nm, using mobile phase acetonitrile water (47:47:6, v/v/v) with a flow rate of 1.4 mL/min and C18–methanol column. The limit of detection and limit of quantitation for rhodamin B were 0.449 and 1.498 µg/mL, respectively. Three of six samples of blush on and all eye shadow samples positive containing rhodamine B.

Keywords: Blush on, eye shadow, HPLC, rhodamine B, TLC.

PENDAHULUAN

Akhir-akhir ini penggunaan kosmetik untuk menambah estetika semakin meningkat. Berdasarkan lembaga survey, sepuluh produk kosmetika dekoratif yang paling banyak digunakan khususnya bagi para wanita adalah bedak, *foundation*, pelembab, *lipgloss*, maskara, lipstik, *eyeliner*, pemerah pipi, pensil alis, dan *eye shadow* (Tranggono, 2007).

Di pasaran, pemerah pipi dan *eye shadow* banyak diperjualbelikan karena mempunyai nilai artistik dan memberikan warna yang khas sehingga dapat berfungsi untuk memperindah kulit wajah agar lebih diminati oleh konsumen. Tetapi penggunaan zat warna pada produk kosmetik diatur ketat karena aktivitas kimiawi bahan pewarna berdampak pada kualitas kesehatan kulit yang terpapar sediaan kosmetik yang mengandung zat pewarna tersebut.

Adanya produsen yang masih menggunakan zat pewarna yang dilarang pada produknya disebabkan oleh pengetahuan yang tidak memadai mengenai bahaya penggunaan bahan kimia tersebut pada kesehatan dan juga karena tingkat kesadaran masyarakat yang masih rendah. Selain itu, pewarna sintesis sering digunakan sebagai pewarna karena harganya relatif lebih murah, warna yang dihasilkan lebih menarik dan zat warna sintesis lebih stabil daripada pewarna alami. Ciri-ciri produk yang mengandung pewarna sintesis adalah warnanya cerah mengkilap dan lebih mencolok, terkadang warnanya terlihat tidak homogen (rata), adanya gumpalan warna pada produk, pada kemasan produk tidak mencantumkan kode, label, merek, informasi kandungannya, atau keterangan lengkap lainnya. Pemerintah Indonesia melalui peraturan Menteri Kesehatan (PerMenKes) No.239/ MenKes/ Per/V/1985 telah menetapkan 30 lebih zat pewarna berbahaya jika digunakan diantaranya rhodamin B.

Sediaan kosmetik pemerah pipi memiliki warna khas merah, dan di sebagian produk kosmetik *eye shadow* terdapat warna merah, sehingga diduga masih ada penyalahgunaan dalam penambahan rhodamin B pada kosmetik pemerah pipi dan *eye shadow* terutama kosmetik yang tidak didaftarkan ke BPOM. Karena rhodamin B merupakan zat warna sintetis yang digunakan pada industri cat, tekstil dan kertas, maka zat warna ini dapat menyebabkan iritasi pada saluran pernapasan, dapat menyebabkan kerusakan hati dan merupakan zat karsinogenik (Chiang, 2011). Oleh karena itu perlu dilakukan analisis zat warna yang digunakan pada sediaan kosmetik pemerah pipi dan *eye shadow* yang beredar diperdagangan untuk memastikan keamanannya agar masyarakat sebagai konsumen kosmetik dapat terhindar dari efek berbahaya zat warna yang dilarang.

Untuk menganalisis kualitatif keberadaan Rhodamin B dalam pemerah pipi dan *eye shadow* dapat digunakan metode kromatografi lapis tipis dan kromatografi cair kinerja tinggi setelah terlebih dahulu diketahui kinerja metodenya masing-masing.

METODE PENELITIAN

Pada analisis kualitatif rhodamin B ini dilakukan dengan metode kromatografi lapis tipis (KLT) dan kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT) dengan dua tahapan yaitu 1) pengembangan metode yang meliputi: uji kesesuaian sistem dan uji reliabilitas, 2) pengujian sampel yang meliputi pengumpulan sampel, preparasi sampel dan identifikasi sampel.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Metode KLT dipilih karena praktis dan dapat memisahkan senyawa, dan metode KCKT dipilih karena memiliki sensitivitas yang tinggi dan selektif dalam pemisahan senyawa.

1. Kromatografi Lapis Tipis (KLT)
 - a. Kesesuaian sistem

Tabel 1. Kesesuaian Sistem KLT

Parameter	Kondisi metode
Lempeng KLT	Silika gel
Fase gerak	Etil asetat –n-butanol – amoniak 25% (20:55:25, v/v/v)
Pelarut	Metanol
Nilai Rf	0,86
Batas deteksi	2 µg/mL

- b. Uji reliabilitas (Presisi)

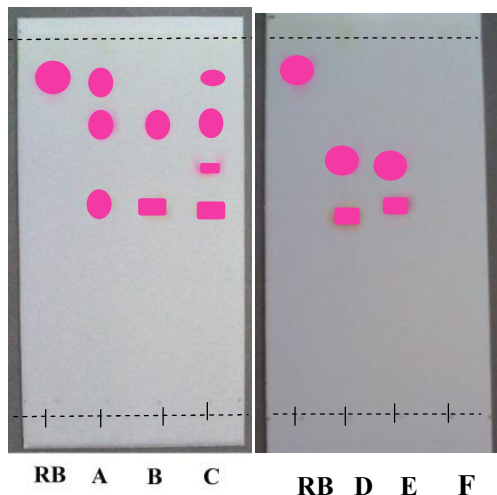
Dilakukan pengujian nilai Rf dengan metode KLT, secara *interday* dan *intraday*. Bila nilai Rf tiap pengujian sama, maka metode KLT tersebut presisi untuk digunakan dalam identifikasi zat warna rhodamin B.

Tabel 2. Presisi Nilai Rf Rhodamin B Metode KLT

Presisi	Jarak noda (cm)	Jarak eluen (cm)	Nilai Rf
<i>Interday</i>	4,75	5,5	0,86
	4,8	5,5	0,87
	4,75	5,5	0,86
<i>Intraday</i>	4,75	5,5	0,86
	4,75	5,5	0,86
	4,8	5,5	0,87
Rata-rata			0,86
Standar deviasi			$5,16 \times 10^{-3}$
KV			0,6%

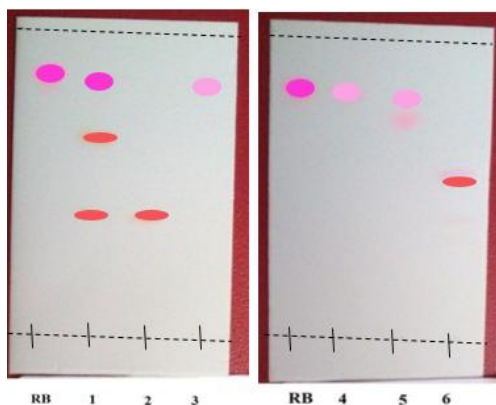
Dilihat dari hasil presisi untuk *inter-* dan *intra-day* sesuai dengan syarat keberterimaan yaitu nilai koefisien variasi (KV) < 2%, hal ini menandakan metode yang digunakan memenuhi syarat presisi (Harmita, 2014).

c. Identifikasi sampel



Gambar 1. Hasil identifikasi kosmetik pemerah pipi.

Sampel pemerah pipi yang positif terdeteksi rhodamin B adalah sampel A dan C. Hal ini dapat dilihat dari nilai R_f sampel yang sama dengan standar (RB) yaitu 0,87.



Gambar 2. Hasil identifikasi kosmetik *eye shadow*.

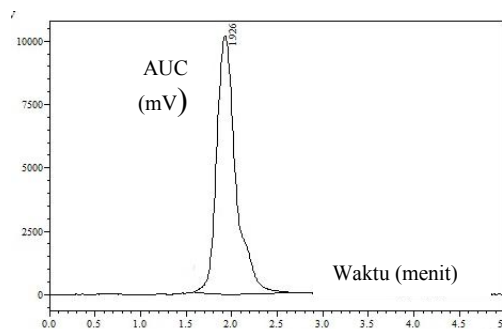
Sampel pemerah pipi yang positif terdeteksi rhodamin B adalah sampel 1, 3, 4 dan 5 karena mempunyai nilai R_f yang sama dengan standar (RB), yaitu 0,86.

2. Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT)
 - a. Kesesuaian sistem

Tabel 3. Kesesuaian Sistem KCKT

Parameter	Kondisi metode
Detektor	Spektrofotometer Visibel (λ 554 nm)
Kolom	C ₁₈ phenomenex (3,90 x 150 mm, 10 μ m)
Fase gerak	Temperatur ruang asetonitril : metanol : air (47:47:6, v/v/v)
Laju alir	1,4 mL/menit.
Pelarut	Aquabides
Vol. injeksi	20 μ L
Waktu analisis	6 menit

Kromatogram hasil uji kesesuaian sistem dapat dilihat pada Gambar 3 berikut ini.



Gambar 3. Kromatogram baku rhodamin B.

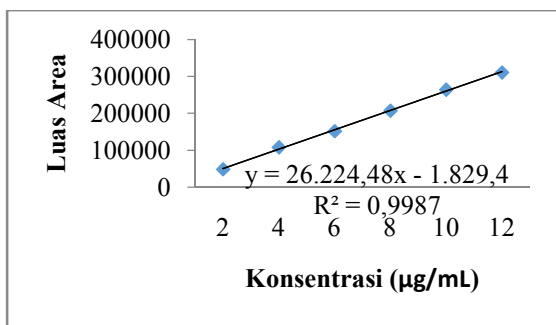
Parameter uji kesesuaian sistem yang didapat adalah:

Waktu retensi (t _R)	: 1,926 menit
Luas area (AUC)	: 151.754
Tailing factor(<2)	: 1,361
Lempeng teoritis (>2000)	: 3267,627

Semua nilai parameter yang di dapat telah memenuhi persyaratan yang ditentukan.

- b. Batas Deteksi (BD) dan Batas Kuantisasi (BK)

Kurva kalibrasi rhodamin B dibuat dari 6 seri konsentrasi larutan baku yaitu 2, 4, 6, 8, 10 dan 12 μ g/mL menggunakan pelarut air.



Gambar 4. Kurva kalibrasi rhodamin B.

Linieritas rhodamin B diperoleh nilai r^2 mendekati 1, hal ini menunjukkan bahwa terdapat korelasi yang baik antara analit dan respon.

Batas deteksi dan kuantisasi rhodamin B dihitung dari kurva kalibrasi di atas, di dapat hasil sebagai berikut (Tabel 4).

Tabel 4. Batas Deteksi (BD) dan Batas Kuantisasi (BK) Rhodamin B

Konsentrasi Rhodamin B(µg/mL)	Luas area (y)	y'	(y-y') ²	BD (µg/m L)	BK (µg/m L)
2	48.456	50.61	468.099	0,45	1,49
		9,56	1,87		
4	108.030	103.0	24.616.		
		68,52	283,79		
6	151.754	155.5	14.163.		
		17,48	781,71		
8	207.245	207.9	52.047.		
		66,44	567		
10	264.121	260.4	13.713.		
		15,40	471,36		
12	310.846	312.8	4.073.7		
		64,36	77,09		
Total	6.178.6				
	781,5				

c. Identifikasi sampel

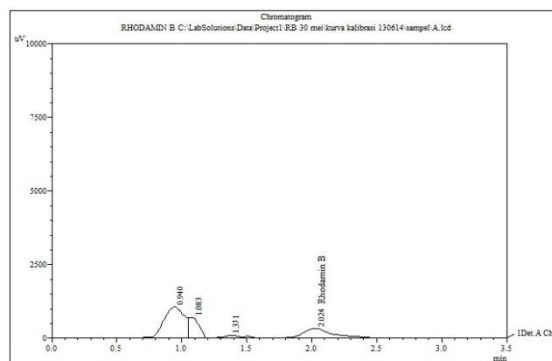
Identifikasi rhodamin B pada sampel dilakukan dengan membandingkan kromatogram dan waktu retensi sampel dengan baku pembanding rhodamin B.

Tabel 5. Hasil Identifikasi Rhodamin B dalam Pemerah Pipi Menggunakan Metode KCKT

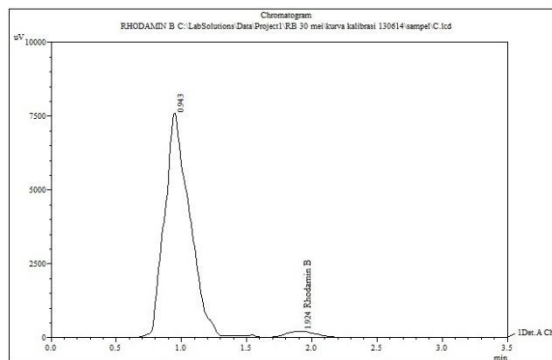
Sampel	AUC	tR (menit)	Kesimpulan
A	5.754	2,024	Terdeteksi
B	3.114	1,924	Terdeteksi
C	12.297	1,855	Terdeteksi
D		0,797	Tidak terdeteksi

E	0,621 dan 0,819	Tidak terdeteksi
F	0,333	Tidak terdeteksi

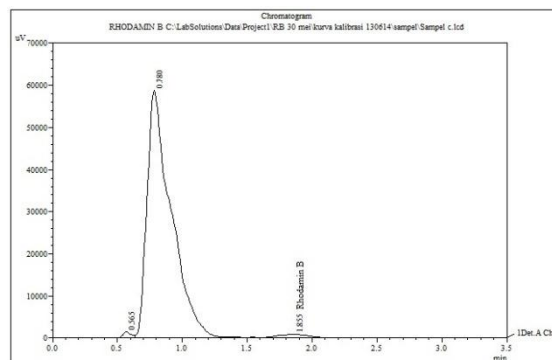
Rhodamin B di dalam sampel A, B dan C mempunyai waktu retensi yang sama dengan baku rhodamin B, yaitu pada waktu sekitar 1,9 menit. Hal ini dapat menunjukkan bahwa ke-3 sampel pemerah pipi tersebut mengandung rhodamin B.



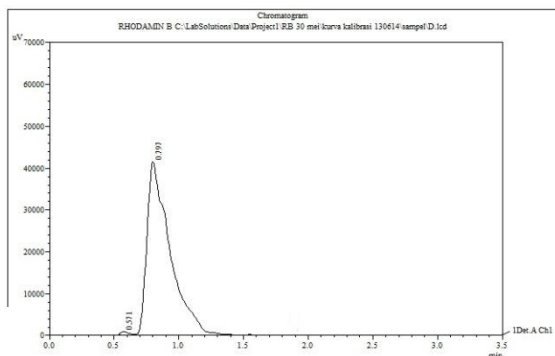
Sampel A



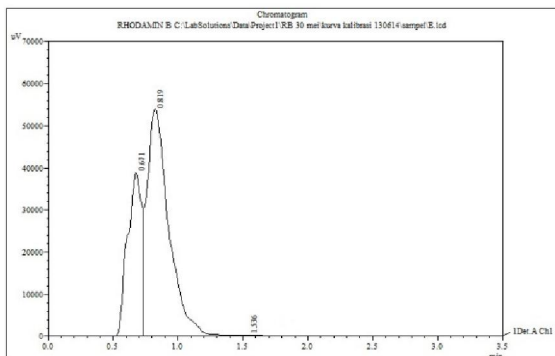
Sampel B



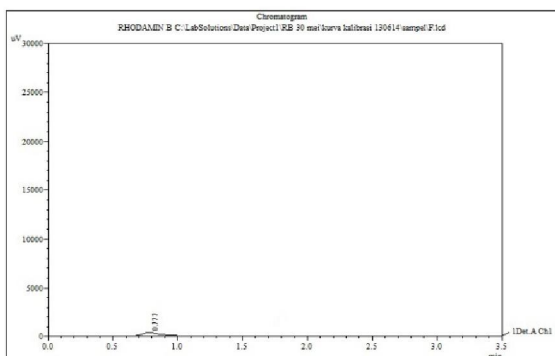
Sampel C



Sampel D

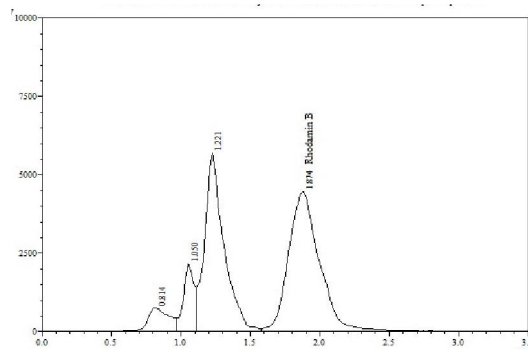


Sampel E

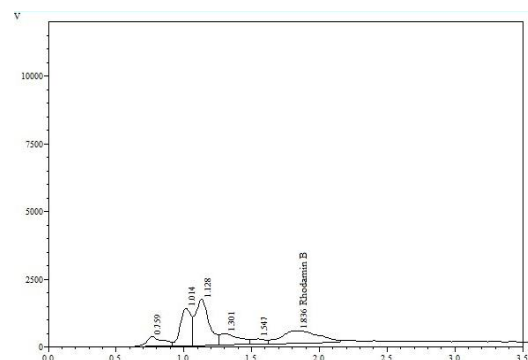


Sampel F

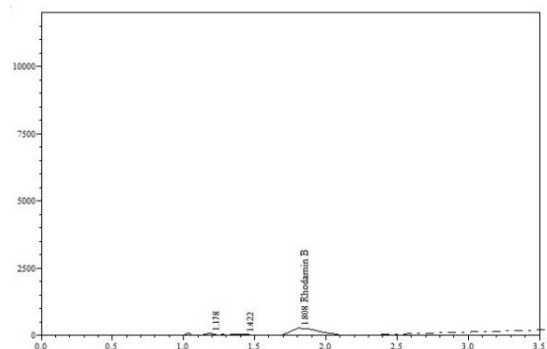
Pada sampel 1, 2, 3, 4, 5 dan 6 mempunyai waktu retensi yang sama dengan baku rhodamin yaitu pada waktu 1,9 menit. Hal ini menunjukkan bahwa keseluruhan sampel *eye shadow* mengandung rhodamin B.



Sampel 1



Sampel 2

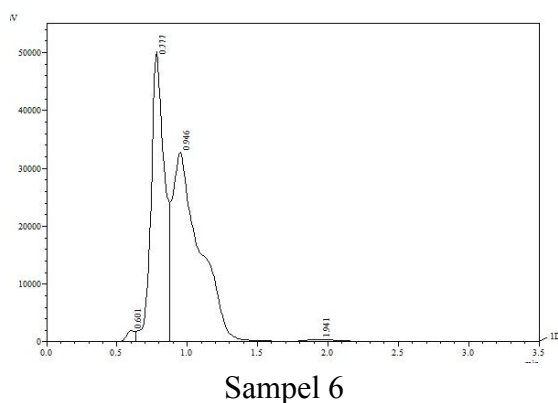
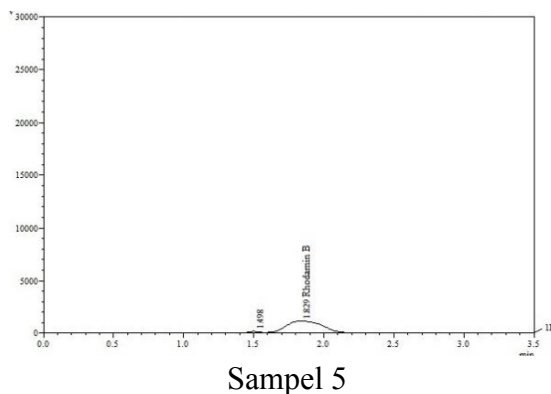
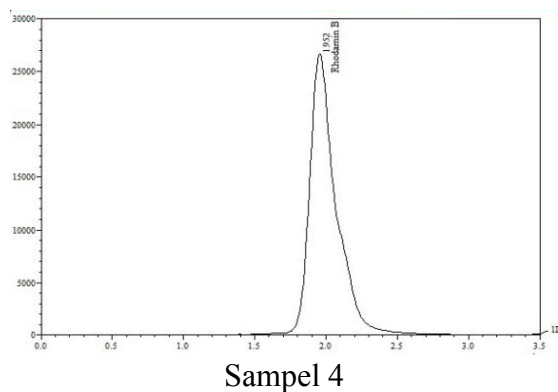


Sampel 3

Gambar 5. Kromatogram sampel pemerah pipi.

Tabel 6. Hasil Identifikasi Rhodamin B dalam Sampel *Eye Shadow* Menggunakan Metode KCKT

Sampel	AUC	tR (menit)	Kesimpulan
1	70.068	1,874	Terdeteksi
2	9.210	1,836	Terdeteksi
3	5.503	1,808	Terdeteksi
4	347.671	1,952	Terdeteksi
5	21.565	1,828	Terdeteksi
6	6.326	1,941	Terdeteksi



Gambar 6. Kromatogram sampel *eye shadow*.

d. Penentuan kadar Rhodamin B dalam sampel
 Penentuan kadar rhodamin B dalam sampel pemerah pipi dan *eye shadow* dilakukan dengan metode adisi, dimana pada sampel ditambahkan baku Rhodamin B dengan tiga kadar yang berbeda yaitu 6, 8 dan 10 µg/mL. Untuk menghitung kadar yang terdapat dalam sampel dilakukan dengan cara mengekstrapolasi garis linieritas hingga memotong sumbu X.

Tabel 7. Kadar Rhodamin B pada Sampel Pemerah Pipi

Pemerah Pipi	Kadar (µg/mL)	Kesimpulan
A	1,57	Mengandung rhodamin
B	1,44	Terdeteksi rhodamin
C	1,7	Mengandung rhodamin
D	-	-
E	-	-
F	-	-

Tabel 8. Kadar Rhodamin B pada Sampel *Eye Shadow*

<i>Eye Shadow</i>	Kadar (µg/mL)	Kesimpulan
1	1,95	Mengandung rhodamin
2	1,18	Terdeteksi rhodamin
3	1,23	Terdeteksi rhodamin
4	3,27	Mengandung rhodamin
5	0,96	Terdeteksi rhodamin
6	0,93	Terdeteksi rhodamin

KESIMPULAN

Sistem pengembang metode KLT untuk rhodamin B menggunakan fasa gerak etil asetat – n-butanol – amonia 25% (20:55:25, v/v/v) dengan nilai Rf 0,86. Sampel kosmetik yang mengandung rhodamin B adalah A dan B (Pemerah pipi) dan sampel 1,3, 4 dan 5 (*eye shadow*).

Sistem KCKT untuk rhodamin B menggunakan kolom C₁₈Phenomenex (3,90 x 150 mm, 10µm), detektor ultravioletvisible pada 554 nm dan fase gerak asetronitril – metanol – air (47:47:6, v/v/v) dengan laju alir 1,4 mL/menit. Dari hasil kurva kalibrasi didapatkan persamaan garis y = 26224,48x – 1829,4 dengan nilai koefisien korelasi 0,9987. Dari persamaan tersebut diperoleh nilai batas deteksi (BD) sebesar 0,45µg/mL dan batas kuantisasi (BK) sebesar 1,49 µg/mL. Sampel kosmetik yang mengandung rhodamin B adalah sampel A, B dan C (pemerah pipi) dan semua sampel *eye shadow*. Kadar rhodamin B yang tertinggi terdapat pada sampel *eye shadow*no. 4 sebesar 3,27 µg/mL.

DAFTAR PUSTAKA

Allam, V.K., dan Kumar, P.G. (2011): Colorants the Cosmetics for the pharmaceutical dosage forms, *International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*. 3(3), 2011.

BPOM, (1998): Badan Standarisasi Nasional : Bayangan mata, padat kompak, SNI 16-4947-1998.

BPOM, (1999): Badan Standarisasi Nasional : Sediaan pewarna pipi, SNI 16-6068-1999.

BPOM, (2011): Metode analisis identifikasi bahan pewarna yang dilarang dalam kosmetika secara kromatografi lapis tipis (KLT) dan kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT), Nomor HK.03.1.23.08.11.07331 Tahun 2011.

Chiang, T., dkk. (2011): Trace Determination of Rhodamine B and Rhodamine 6G Dyes in Aqueous Samples by Solid-phase Extraction and High-performance Liquid Chromatography Couple with Fluorescence Detection. Department of Chemistry, National Central University, Chung-Li 320. Taiwan.

Depkes RI. (1985): Permenkes RI No. 239/Menkes/Per/1985 tentang zat Warna Tertentu yang dinyatakan sebagai bahan Berbahaya, Jakarta.

Harmita, (2004): Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya, *Majalah Ilmu Kefarmasian*, I(3), 117-135.

Mamoto, L.V., Citraningtyas. F.G. (2013): Analisis rhodamin B pada lipstik yang beredar di pasar kota Manado, *Jurnal Ilmiah Farmasi-UNSRAT*, II(2), 61-66.

Tranggono, R.I. dan Latifah, F. (2007): Buku Pegangan Ilmu Pengetahuan Kosmetik. PT.Gramedia, Jakarta.