

LAPORAN PENELITIAN

Judul Penelitian :

Identifikasi Rodamin B dalam Lipstik dengan Metode KLT-Densitometri di Pasar Tradisional Sekitar Universitas Muhammadiyah Surabaya



umsurabaya
UNIVERSITAS MUHAMMADIYAH SURABAYA

**Fakultas
Ilmu Kesehatan**

Oleh :

Apt Etik Wahyuningsih., S.Farm., M.Farm (0721118007)

Syafira Dewi Auliya (20191666002)

Nabila Mirza Azizi (20201666030)

**FAKULTAS ILMU KESEHATAN
UNIVERSITAS MUHAMMADIYAH SURABAYA Jl.**

Sutorejo No. 59 Surabaya 60113

Telp. 031-3811966

<http://www.um-surabaya.ac.id>

HALAMAN PENGESAHAN

- Judul Penelitian : Identifikasi Rodamin B dalam Lipstik dengan Metode KLT-Densitometri di Pasar Tradisional Sekitar Universitas Muhammadiyah Surabaya
- Skema :
- Jumlah Dana : Rp. 10.000.000,00
- Ketua Peneliti
- a. Nama Lengkap : Apt. Etik Wahyuningsih, S.Farm., M.Farm
- b. NIDN : 0721118007
- c. Jabatan Fungsional : -
- d. Program Studi : S1 Farmasi
- e. No Hp : 085895750057
- f. Alamat Email : etikwahyuningsih@um-surabaya.ac.id
- Anggota Mahasiswa (1)
- a. Nama Lengkap : Syafira Dewi Auliya
- b. NIM : 20191666002
- c. Perguruan Tinggi : Universitas Muhammadiyah Surabaya
- Anggota Mahasiswa (2)
- a. Nama Lengkap : Nabila Mirza Azizi
- b. NIM : 20201666030
- c. Perguruan Tinggi : Universitas Muhammadiyah Surabaya



Mengetahui,
Dekan FIK UMS Surabaya

Dr. Nur Mukarromah, SKM., M.Kes
NIDN. 0713067202

Surabaya, 10 April 2022
Ketua Peneliti

Apt. Etik Wahyuningsih, S.Farm., M.Farm
NIDN. 0721118007



Menyetujui
Ketua LPPM UMS Surabaya

Dede Nasrullah, S.Kep., Ns., M.Kep
NIDN. 0730016501

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN PENGESAHAN	
RINGKASAN.....	1
BAB 1. PENDAHULUAN.....	2
1.1 Latar Belakang.....	2
1.2 Rumusan Masalah.....	2
1.3 Tujuan Khusus.....	3
1.4 Urgensi/Keutamaan Penelitian.....	3
1.5 Target Penelitian.....	3
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA.....	4
2.1 Tinjauan Tentang Kosmetik.....	4
2.3 Tinjauan Tentang Rodamin B	5
2.6 <i>Road map</i> Penelitian.....	5
BAB 3. METODE PENELITIAN.....	6
3.1 Desain Penelitian.....	6
3.2 Alat dan Bahan.....	6
3.4 Validasi metode Analisis.....	7
3.5 Identifikasi Rodamin B pada sediaan lipstick.....	7
BAB 4 HASIL PENELITIAN.....	9
DAFTAR PUSTAKA.....	19

BAB I

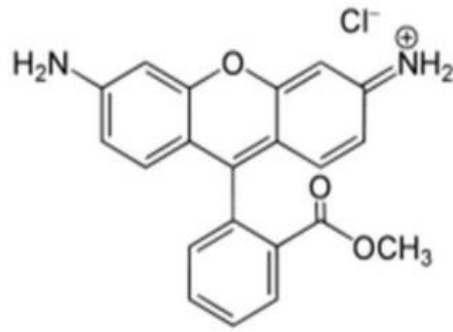
PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Kosmetik merupakan salah satu hal yang paling dekat dengan perempuan karena memiliki peranan penting untuk memperbaiki penampilan terutama rias wajah sehingga mengakibatkan kebutuhan akan kosmetik meningkat. Pada tahun 2017, peningkatan jumlah produk yang ternotifikasi sebesar 15.822 dan peningkatan terjadi dalam dua tahun terakhir¹. Berdasarkan penilain *top brand index* pada *top brand award* 2018-2021, lipstik dikategorikan sebagai kosmetik 2018-2021, lipstik dikategorikan sebagai kosmetik dekoratif yang paling disukai masyarakat dibuktikan dengan penjualan lipstik di Indonesia yang meningkat². Peningkatan konsumsi kosmetik tersebut memicu timbulnya beraneka ragam produk kosmetik terutama lipstik.

Berdasarkan hasil investigasi oleh BPOM dan *public warning* yang diterbitkan setiap tahunnya antara tahun 2016-2021, diperoleh banyak produk kosmetik mengandung bahan berbahaya yang ditemukan antara lain merkuri, hidroquinon, merak K3 dan rodamin B^{3,4,5,6}. Berdasarkan Perka BPOM 2021 tentang persyaratan teknis bahan kosmetik, produk kosmetik dilarang mengandung pewarna salah satunya rodamin B⁷ karena senyawa tersebut bersifat karsinogenik. Peningkatan temuan produk lipstik yang mengandung pewarna tersebut mendorong laboratorium untuk mengembangkan metode yang efektif untuk mendeteksi adanya pewarna Rodamin B dalam bermacam-macam produk kosmetik.

Rodamin B dengan nama IUPAC [9-(2-carboxyphenyl)-6-(diethylamino)xanthen-3-ylidene]-diethylazanium;chloride dengan log P 1,95 yang larut dalam air, alcohol, eter dan benzena.⁸ Berdasarkan struktur kimianya, pigmen rodamin B memiliki gugus kromofor yang dapat mengabsorpsi sinar UV-Vis. Struktur rodamin B dapat dilihat pada gambar **Gambar 1**.



Gambar 1. Struktur Rodamin B

Berdasarkan latarbelakang tersebut, penelitian kali ini melakukan identifikasi rodamin B pada lipstick dipasar tradisional area Universitas Muhammadiyah Surabaya dengan metode KLT-Densitometri.

1.2 Rumusan Masalah

Dari latar belakang penelitian, dapat dirumuskan permasalahan sebagai berikut:

- Apakah diperoleh kondisi optimum untuk identifikasi Rodamin B dalam sampel lipstick serta kondisi optimum tersebut memenuhi syarat validasi metode (linieritas, spesifisitas, LOD/LOQ)
- Apakah metode tersebut dapat diaplikasikan pada sampel lipstick

1.3. Tujuan Khusus

Tujuan khusus penelitian ini adalah:

- Memperoleh kondisi optimum yang dapat digunakan identifikasi Rodamin B pada sediaan lipstick dengan metode KLT-Densitometri yang memenuhi syarat validasi metode.
- Menghasilkan publikasi ilmiah terkait Identifikasi Rodamin B dengan metode KLT-Densitometri yang memenuhi persyaratan validasi metode.

1.4. Urgensi/ Keutamaan Penelitian

Di bidang kefarmasian berguna untuk menjamin bahwa produk khususnya kosmetik bebas dari bahan berbahaya diperlukan metode analisis yang tepat. Adanya *public warning* dari BPOM tahun 2021 tentang bahan berbahaya pada produk kosmetik terutama jenis lipstick yang dilaporkan teridentifikasi Rodamin B menuntut laboratorium untuk memilih metode yang selektif dan sensitif. Penambahan bahan tersebut dalam konsentrasi

yang sangat kecil sehingga sulit dideteksi. Metode spektrofotometri adanya Rodamin B dengan konsentrasi yang kecil menunjukkan panjang gelombang yang sama dengan baku namun tidak memberikan serapan yang maksimal. Metode LC-MS memberikan hasil yang sensitif dan selektif namun instrumen yang mahal dan diperlukan keahlian khusus dalam pengoperasionalannya. Metode KLT-densitometri merupakan metode yang umum digunakan dalam identifikasi suatu senyawa. Dengan dilakukannya pengembangan metode analisis yang simpel, murah, selektif dan sensitif untuk analisis Rodamin B dapat diaplikasikan untuk identifikasi senyawa Rodamin B pada produk lipstick yang berada dipasaran di sekitar Universitas Muhammadiyah Surabaya.

1.5. Target Penelitian

Hasil yang ditargetkan dari penelitian ini adalah:

- Didapatkan metode analisis yang simpel, selektif dan sensitif untuk analisis Rodamin B dalam produk lipstick dan diaplikasikan untuk identifikasi pada produk lipstick yang beredar di pasaran disekitar Universitas Muhammadiyah Surabaya.
- Menghasilkan publikasi ilmiah terkait Identifikasi Rodamin B dalam sediaan lipstick dengan metode KLT-Densitometri.

BAB II.

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tinjauan tentang kosmetik

Kosmetik adalah bahan atau sediaan yang digunakan pada bagian luar tubuh manusia atau gigi dan membran mukosa mulut terutama untuk membersihkan, mewangikan, mengubah penampilan dan atau memperbaiki bau badan atau melindungi atau memelihara tubuh pada kondisi baik⁷.

Berdasarkan bahan dan penggunaannya serta maksud evaluasi produk kosmetik dibagi menjadi 2 menurut BPOM⁷.

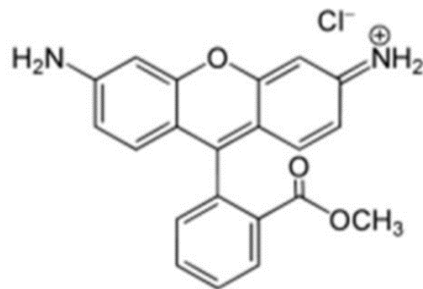
1. Kosmetik golongan 1 adalah
 - a. Kosmetik yang digunakan untuk bayi
 - b. Kosmetik yang digunakan disekitar mata, rongga mulut, dan mukosa lainnya
 - c. Kosmetik yang mengandung bahan dengan persyaratan kadar dan penandaan
 - d. Kosmetik yang mengandung bahan dan fungsinya belum lazim serta belum diketahui keamanan dan kemanfaatannya.
2. Kosmetik golongan II adalah kosmetik yang tidak termasuk dalam golongan 1.

Menurut Peraturan Menkes RI No.376/MENKES/PER/VIII/1990 tentang bahan, zat warna, zat pengawet dan tabir surya pada kosmetik, zat warna adalah zat atau campuran zat yang dapat digunakan pada sediaan kosmetik untuk mewarnai lapisan tubuh luar manusia dengan atau tanpa bantuan zat lain. Bahan tambahan berbahaya yang sering ditambahkan pada kosmetik antara lain hidrokuinon, merah K3 dan Merah K10⁶.

2.2 Tinjauan tentang Rodamin B

Rhodamin B merupakan bahan pewarna buatan berbentuk serbuk kristal berwarna kehijauan, jika dilarutkan pada konsentrasi tinggi menjadi berwarna merah keunguan dan berwarna merah terang pada konsentrasi rendah. Rumus molekul dari rhodamin B adalah $C_{28}H_{31}N_2O_3Cl$ dengan berat molekul sebesar 479.000. Rhodamin B larut sangat larut dalam air yang menghasilkan warna merah kebiru-biruan dan berfluoresensi kuat. Rhodamin B juga larut dalam alkohol, HCl,

dan NaOH. Penggunaan rhodamin B tentunya berbahaya bagi kesehatan. menumpukkan rhodamin B dilemak dalam jangka waktu yang lama jumlahnya terus menerus bertambah di dalam tubuh dan dapat menimbulkan kerusakan pada organ tubuh sampai mengakibatkan kematian (Mamoto dan Fatimawali, 2013). Fungsi rhodamin B umumnya sebagai pewarna kertas dan tekstil. Apabila dipergunakan sebagai pewarna kosmetik, dapat menimbulkan iritasi pada kulit. Jika terkena mata dapat menimbulkan iritasi pada mata, mata kemerahan serta menimbulkan kerusakan hati jika terpapar dengan konsentrasi yang tinggi. Hal tersebut didukung oleh suatu data penelitian pada tikus. Diketahui bahwa pada tikus yang diberi rhodamin B selama seminggu berturut-turut adanya peningkatan berat hati, ginjal dan limfa. Perubahan berat tersebut diikuti perubahan anatomi berupa pembesaran organnya.



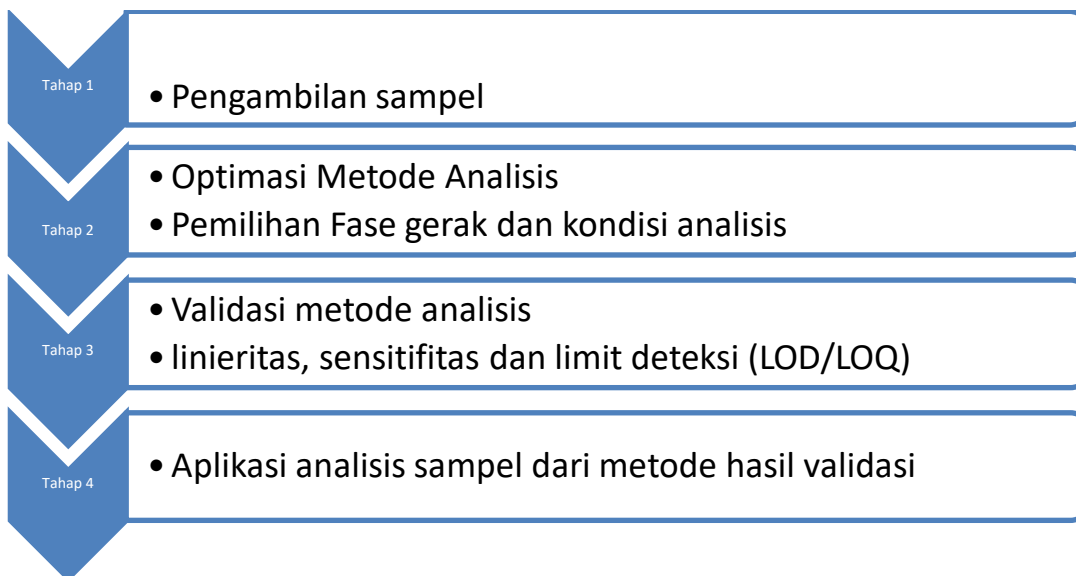
2.1 Struktur kimia Rodamin B

2.6 Peta Rencana (Road map) Penelitian

2016	2017	2018-2020	2021
<i>Public Warning</i> : Merah K10 pada lipstik (BPOM 2016)	<i>Public Warning</i> : Merah K3 pada lipstik (BPOM 2017) - Riana et al 2017. Analisis Merah K3 dengan LC/MS	<i>Public Warning</i> - Merah K10 dalam Lipstik (BPOM 2021)	Optimasi Metode analisis metode KLT-Densitometri
			Validasi Metode analisis
			Aplikasi identifikasi pada sampel lipstik

BAB III. METODE PENELITIAN

3.1. Desain Penelitian



Gambar 5. Skema Desain Penelitian

3.2. Alat dan Bahan :

3.2.1. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

Sampel lipstick di pasar tradisional area universitas Muhammadiyah Surabaya, etanol p.a, aseton pa, kloroform p.a, etil asetat p.a, ammoniak p.a, butanol p.a, asam asetat glasila p.a, metanol p.a

3.2.2. Alat

Plate KLT silika gel 60 F254, Timbangan analitik (O Haous Pioneer), Bejana kromatografi 20 x 20 x 5 cm³ (CAMAG), Densitometer (CAMAG TLC Scanner 4), Lampu UV CAMAG, sonikator, oven, water bath, pipa kapiler 2 ul dan alat gelas yang umum digunakan untuk analisis.

3.2.3 Metode penelitian

Preparasi Sampel

Sampel dilarutkan dalam 220 ml DMF dan lapisan DMF diuapkan diatas penangas air kemudian dikeringkan dan ditambah metanol 10 ml dan

disaring. Sampel kemudian ditotolkan pada plate KLT dan dieluasi dengan fase gerak etil asetat:metanol: amoniak 30% (15:3:3) selanjutnya discan pada densitometer pada panjang gelombang 535 nm.

Preparasi Baku Pembanding

Ditimbang sebesar 10,0 mg Rhodamin B dimasukkan labu ukur 10,0 ml dan ditambah metanol dan diultrasonik selama 10 menit. diambil filtrate 2 ml dengan mikropipet masukkan dalam labu ukur 10,0 ml ditambah metanol sampai tepat tanda (diperoleh kadar 200 ppm).

Preparasi Sampel

Ditimbang 1-5 gram sampel yang telah dihomogenkan kemudian ditambah 20 ml DMF dn dihomogenkan. Kemudian dipanaskan diatas penangas air selama 10 menit yang kemudian didinginkan pada suhu kamar. Selanjutnya disaring dengan kertas Whatman. Jika dalam sampel terdapat minyak filtrate dilakukan partisi dengan petroleum eter sebanyak 3 kali selanjutnya lapisan DMF diupkan diatas penangas air. Ekstrak yang sudah kering kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 10,0 ml secara kuantitatif dan ditambah metanol sampai tepat tanda.

Scan KLT dan Penentuan Hasil

Scan plate KLT menggunakan CAMAG TLC scanner pada panjang gelombang 535 nm. Scan spectrum dilakukan pada masing-masing noda. Jika jarak tempuh noda sampel sejajar dengan baku serta match factor spectrum noda sampel > 950 maka sampel dinyatakan positif.

3.2.4 Validasi Metode

Uji Selektifitas

Uji selektifitas rhodamine B dilakukan dengan cara membandingkan retardation factor (Rf) rodamin B dengan pewarna lain seperti Amaranth, Carmine, Eritrosin dan Ponceau 3R. Uji identifikasi sampel dilakukan dengan cara membandingkan spektra sampel dengan spektra standar. Pada uji selektifitas dilakukan spiking larutan baku Rodamin B ke dalam sampel sebesar 100x LD.

Uji Limit Deteksi

Pada uji limit deteksi dibuat larutan standar dalam pelarut metanol sebanyak 10 konsentrasi yaitu 2 ppm, 5 ppm, 10 ppm, 15 ppm, 20 ppm, 25 ppm, 25 ppm, 30 ppm, 35 ppm dan 40 ppm

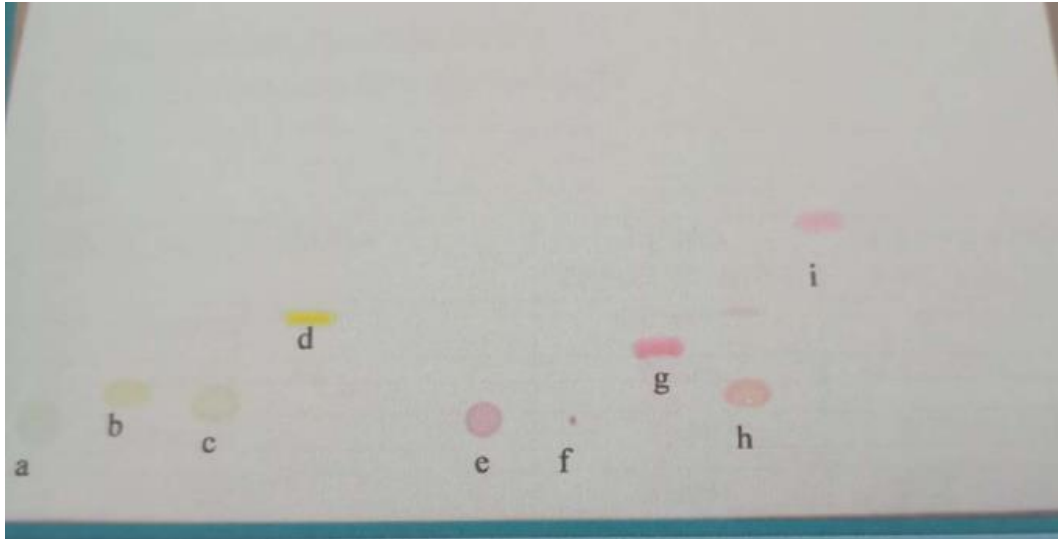
3.2.5 Aplikasi identifikasi Rhodamin B dalam Lipstik

Sampel lipstick diperoleh dari pasar tradisional sekitar universitas Muhammadiyah Surabaya terdiri dari 6 sampel.

BAB IV HASIL PENELITIAN

4.1 Uji Selektifitas

Hasil uji selektifitas rhodamin B dapat dilihat pada gambar 4.1



Gambar 4.1 Uji selektifitas Rodamin B a. Tartazin b Orange G c Sunset Yellow d. Metanil yellow e. amaranth f Carmine g. Eritrosin h. Poncaau 3R I Rhamin B

Pada uji selektifitas Rodamin B dilakukan dengan menotolkan pada plate KLT kemudian dieluasi pada fase gerak etil asetat: metanol: amoniak 30% (15:3:3) dengan jarak penotolan 15 mm dari dasar plate dengan jarak tempuh eluen 75 mm dari titik penotolan. Nilai Rf hasil penotolan dapat dilihat pada tabel 4.1

Tabel 4.1 Hasil uji selektifitas Rodamin B

Standar	Jarak tempuh noda	Rf
Charmine	0	0
Eritrosin	8 mm	0,11
Ponceau 3R	5 mm	0,07
Rodamin B	37 mm	0,49

4.2 Uji spiking Sampel Rhodamin B

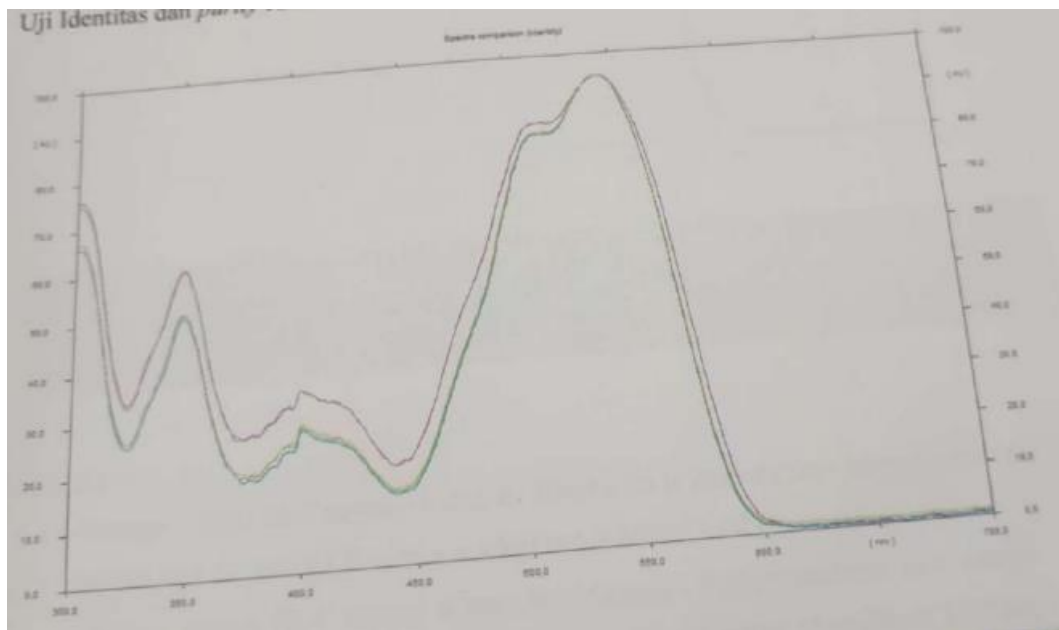
Spiking standar rodamin B dilakukan dengan menotolkan standar sampel spike standard an sampel pada konsentrasi tertentu. Hasil uji

Spiking dapat dilihat pada tabel 4.2

Sampel	Konsentrasi	Vol total (μ)	Rf	Area
Standar Rodamin B	5 ng	5	1,9	11863,9
Spike sampel dengan Rodamin B	500 ng	5	1,9	11644,4
Sampel	200 ng	5	-	-

4.3 Uji Identifikasi dan Purity

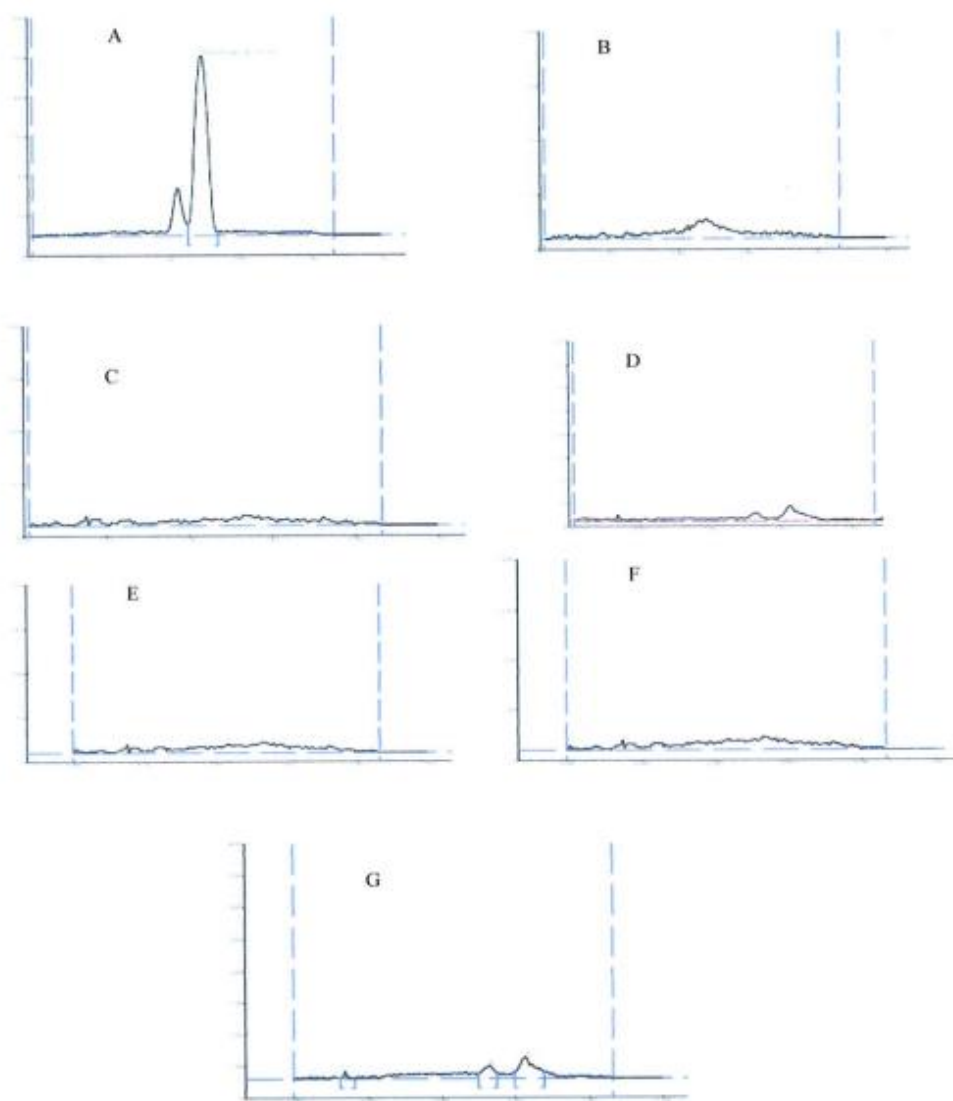
Uji identifikasi dan purity rodamin B dapat dilihat pada gambar 4.2



Gambar 4.2 Uji Identifikasi dan purity Rhoadamin B

4.4 Aplikasi Idensifikasi Rhodamin B pada Lipstik

Hasil uji identifikasi sampel lipstick dengan metode KLT Densitometri dapat dilihat pada gambar 4.3 dan tabel 4.3. Dari hasil analisis diperoleh bahwa tidak ada sampel yang mengandung Rodamin B.



Gambar 4.3 Kromatogram dari (A) standar pembanding Rhodamin (B) sampel A (C) sampel B (D) sampel C (E) sampel D (F) sampel E (G) sampel F

Tabel 4.3 Hasil Uji Rodamin B dalam Sampel Lipstrik

Track	Nama Sampel	Konsentrasi (ng)	Volume injeksi	Rf	Area
1	Standart Rodamin B	200 ng	5 µg	0,49	14269
2	Sampel A	200 ng	5 µg	-	-
3	Sampel B	200 ng	5 µg	-	-
4	Sampel C	200 ng	5 µg	-	-
5	Sampel D	200 ng	5 µg	-	-
6	Sampel E	200 ng	5 µg	-	-
7	Sampel F	200 ng	5 µg	-	-

4.5 Kesimpulan

Hasil Validasi metode analisis Rhodamin B yang telah divalidasi memenuhi persyaratan validasi dapat diaplikasikan pada sampel kosmetik sediaan lipstick dan dapat diterapkan pada sediaan kosmetik yang beredar.

DAFTAR PUSTAKA

- (1) Badan POM RI. Siaran pers kampanye cerdas gunakan kosmetik untuk generasi milenial [Internet]. 2018. [dikutip 25 Desember 2021]. Tersedia pada <https://www.pom.go.id/new/view/more/pers/409/SIARAN-PERS---Kampanye-Cerdas-Gunakan-Kosmetik-untuk-Generasi-Milenial.html>
- (2) Top Brand Award [internet]. 2021. [dikutip 25 Desember 2021]. Tersedia pada https://www.topbrand-award.com/top-brand%20index/?tbi_find=wardah
- (3) BPOM RI. Public warning No IN.05.03.1.43.06.16.2848. Tentang Kosmetik mengandung bahan berbahaya. Jakarta. BPOM RI 2016.
- (4) BPOM RI. Public warning No B. IN. 05.03.1.43.12.17.5965. Tentang Kosmetik mengandung bahan berbahaya. Jakarta. BPOM RI 2017.
- (5) BPOM RI. Public warning No. B-HM. 01.01.1.44.1118.5410. Tentang Kosmetik mengandung bahan berbahaya. Jakarta. BPOM RI 2018.
- (6) BPOM RI. Public warning No HM.01.1.2.10.21.48. 2021. Tentang Kosmetik mengandung bahan berbahaya. Jakarta. BPOM RI 2021.
- (7) Perka BPOM RI. No. HK. 03.1.23.08.11.07517. 2011. Tentang Persyaratan teknis bahan kosmetik. Jakarta. BPOM RI 2011.
- (8) Anonim. Pubchem pigmen Red K3 (compound) [internet]. 2021. [dikutip 24 Desember 2021]. Tersedia pada <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Pigment-red-3#section=Solubility>.
- (9) Ika kurniawati. 2004.
- (10) Ika Kurniawati. 2004. Analisis zat pewarna pada lipstiks tanpa nomor registrasi dengan metode KLT-Densitometri. Skripsi : Fakultas MIPA UII Yogyakarta

LAMPIRAN

1. DUKUNGAN TERHADAP PELAKSANAAN PENELITIAN :

- 1.1. Dukungan aktif yang sedang berjalan : Sudah optimasi metode analisis
- 1.2. Dukungan yang sedang dalam pertimbangan : telah dilakukan kontak dengan pihak UNAIR Universitas Airlangga untuk sewa instrument analisis
- 1.3. Proposal yang sedang direncanakan atau yang sedang dalam taraf persiapan : optimasi kondisi analisis, validasi metode dan aplikasi identifikasi senyawa pada sampel

2. SARANA PENELITIAN :

- 2.1 Pelaksanaan penelitian dilakukan di laboratorium Farmasi UM Surabaya, dan Laborarium Farmasi Universitas Airlangga.
- 2.2. Peralatan Utama yang digunakan pada penelitian ini :

No	Laboratorium	Jenis Alat	Keterangan
1	Farmasi Um Surabaya	- Proses preparasi pendukung	Semua dalam keadaan baik dan siap untuk digunakan
2	Farmasi UNAIR	- TLC-Densitometri	Semua dalam keadaan baik dan siap untuk digunakan

Lampiran

Biodata Ketua Peneliti

A. Identitas Diri

1	Nama Lengkap	Apt. Etik Wahyuningsih.,M.Farm
2	Jenis Kelamin	Perempuan
3	Program Studi	S1 Farmasi
4	NIP/NIDN	012.05.1.1980.21.288 / 071118007
5	Tempat dan Tanggal Lahir	Sidoarjo, 21 Nopember 1980
6	Alamat Email	Etikwahyuningsih2um-surabaya.ac.id
7	Nomor Telepon/HP	085895750057

B. Riwayat Pendidikan

No	Jenjang	Bidang Ilmu	Universitas	Tahun Lulus
1	Sarjana (S1)	Farmasi	Universitas Airlangga	2004
2	Profesi Apoteker	Farmasi	Universitas Airlangga	2005
3	Magister (S2)	Ilmu Farmasi	Universitas Airlangga	2020
4	Doktor (S3)	-		

C. Rekam Jejak Tri Dharma PT (dalam 5 tahun terakhir)

Pendidikan/Pengajaran

No	Nama Mata Kuliah	Wajib/Pilihan	SKS
1	Kimia Dasar	Wajib	3
2	Kimia Analisis	Wajib	5
3	Analisis Farmasi	Wajib	4
4	Kimia Organik	Wajib	2
5	Kimia Medisinal	Wajib	3

Riset

No	Judul Riset	Penyanggand Dana	Tahun
1	Optimasi Metode KCKT-ELSD dengan Pemisahan HILIC untuk Penetapan Kadar Glukosamin Hidroklorida pada Suplemen Kesehatan	PT Interbat	2020

Pengabdian kepada Masyarakat

No	Judul Pengabdian kepada Masyarakat	Penyanggand Dana	Tahun
1	-	-	-
2	-	-	-

Semua data yang saya isikan dan tercantum dalam biodata ini adalah benar dan dapat dipertanggungjawabkan secara hukum. Apabila di kemudian hari ternyata dijumpai ketidaksesuaian dengan kenyataan, saya sanggup menerima sanksi.

Demikian biodata ini saya buat dengan sebenarnya untuk

memenuhi salah satu persyaratan dalam pengajuan Hibah Penelitian Internal.

Surabaya, 7 Mei 2022

Peneliti

A handwritten signature in blue ink, appearing to be 'E. Wahyuningsih', written on a light pink rectangular background.

(Etik Wahyuningsih)

LUARAN PENELITIAN



Identifikasi Rhodamin B pada Lipstik di Pasar Tradisional Sekitar Universitas Muhammadiyah Surabaya Menggunakan Metode KLT-Densitometri

Identification of Rhodamine B in Lipsticks at the Local Market Area Universitas Muhammadiyah Surabaya Using TLC-Densitometry

Etik Wahyuningsih^{1*}, Annisa Kartika Sari¹, Ria Hanistya¹, Karima Samlan¹

¹Program Studi Farmasi, Fakultas Ilmu Kesehatan, Universitas Muhammadiyah Surabaya

*Correspondence author : etik.aptaasyiah@gmail.com

INFO ARTIKEL

Histori artikel :
Tanggal Submit :
3 Mei 2022

Tanggal Review :
19 Mei 2022

Tersedia online :
27 Juni 2022

ABSTRAK

Rhodamin B dengan nama IUPAC [9-(2-carboxyphenyl)-6-(diethylamino)xanthen-3-ylidene]-diethylazanium chloride memiliki gugus kromofor yang dapat mengabsorpsi sinar UV-Vis. Rodamin B merupakan senyawa yang dilarang penggunaannya dalam kosmetik karena bersifat karsinogenik. Tujuan penelitian ini adalah melakukan identifikasi rhodamin B pada sediaan lipstik di pasar tradisional sekitar Universitas Muhammadiyah Surabaya dengan menggunakan metode KLT-Densitometri. Rhodamin B diidentifikasi secara kualitatif dan kuantitatif dengan KLT-densitometri dengan menggunakan pelarut etil asetat – metanol – 30% ammonium hidroksida 15:3:3. Berdasarkan hasil analisis, pada sampel tidak ditemukan noda yang mirip dengan standar rhodamin B pada Rf 0,49 cm. Berdasarkan data penelitian dapat disimpulkan bahwa sampel lipstik yang diuji tidak mengandung rhodamin B.

Kata Kunci : Rhodamin B, Lipstik, KLT-Densitometri

ABSTRACT

Rhodamine B with the IUPAC name [9-(2-carboxyphenyl)-6-(diethylamino)xanthen-3-ylidene]-diethylazanium chloride that have chromophore group that can absorb UV light. Rhodamine B is a carcinogenic compound that is prohibited from being used in cosmetics. The aim of this study is to identify rhodamine B in lipstick using TLC- Densitometry in the local market area Universitas Muhammadiyah Surabaya. Rhodamine B was identified using TLC-Densitometry through qualitative and quantitative test with etil acetate – methanol – 30% ammonium hydroxide (15:3:3). Based on the tests did not found similar Rf 0.49 cm confirming the reference standard of rhodamine B. Based on this study can be concluded that all of the lipstick sample tested did not contain rhodamine B.

Keywords: Rhodamin B. Lipstick. TLC-Densitometry

PENDAHULUAN

Kosmetik merupakan salah satu hal yang paling dekat dengan perempuan karena memiliki peranan penting untuk memperbaiki penampilan terutama rias wajah sehingga mengakibatkan kebutuhan akan kosmetik meningkat. Pada tahun 2017, peningkatan jumlah produk yang ternotifikasi sebesar 15.822 dan peningkatan terjadi dalam dua tahun terakhir (BPOM RI, 2021). Berdasarkan penilain *top brand index* pada *top brand award* 2018-2021, lipstik dikategorikan sebagai kosmetik dekoratif yang paling disukai masyarakat dibuktikan dengan penjualan lipstik di Indonesia yang meningkat (Top Brand Award, 2021). Peningkatan konsumsi kosmetik tersebut memicu timbulnya beraneka ragam produk kosmetik terutama lipstik.

Berdasarkan hasil investigasi oleh BPOM dan *public warning* yang diterbitkan setiap tahunnya antara tahun 2016-2021, diperoleh banyak produk kosmetik mengandung bahan berbahaya yang ditemukan antara lain merkuri, hidroquinon, merak K3 dan rodamin B (BPOM RI, 2021). Berdasarkan Perka BPOM 2021 tentang persyaratan teknis bahan kosmetik, produk kosmetik dilarang mengandung pewarna salah satunya rodamin B karena senyawa tersebut bersifat karsinogenik. Peningkatan temuan produk lipstik yang mengandung pewarna tersebut mendorong laboratorium untuk mengembangkan metode yang efektif untuk mendeteksi adanya pewarna Rodamin B dalam bermacam-macam produk kosmetik.

Rodamin B dengan nama IUPAC [9-(2-carboxyphenyl)-6-(diethylamino)xanthen-3-ylidene]-diethylazanium;chloride dengan log P 1,95 larut dalam air, alkohol, eter dan benzene (Pubchem, 2022). Berdasarkan struktur kimianya, pigmen rodamin B memiliki gugus kromofor yang dapat mengabsorpsi sinar UV-Vis. Struktur rodamin B dapat dilihat pada **gambar 1**.

Berdasarkan latar belakang tersebut, penelitian kali ini melakukan identifikasi rodamin B pada lipstik di pasar tradisional area Universitas Muhammadiyah Surabaya dengan metode KLT-Densitometri.

METODE PENELITIAN

Alat

Linomat 5 Camag, Camag TLC scanner 4, timbangan analitik dan alat gelas.

Bahan

Rhodamin B (Fluka), N,N-Dietil formamid 99,5% (Merck), metanol pro analisis (Merck), lempeng KLT silica Gel F₂₅₄ (Merck) dan sampel

lipstik yang diperoleh dari pasar tradisional di sekitar universitas Muhammadiyah Surabaya.

Metode

Preparasi Baku Pemanding

Standar Rodamin B ditimbang 10 mg dimasukkan kedalam labu ukur 10,0 mL dan ditambah metanol pro analisis sampai tepat tanda kemudian diultrasonik 15 menit. Diambil 2 mL dimasukkan dalam labu ukur 10,0 ml kemudian dikocok hingga homogen (200 ppm).

Preparasi Sampel

Sampel lipstik yang telah dihomogenkan ditimbang 1 gram kemudian ditambah 20 mL DMF diaduk hingga homogen kemudian dipanaskan diatas penangas air dan disaring dengan kertas saring Whatman. Ekstrak dipindahkan dalam labu ukur 10,0 mL ditambah metanol.

Preparasi KLT

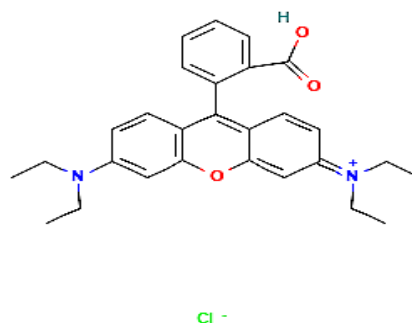
Fase gerak etil asetat, metanol dan larutan 30% ammonium hidroksida dalam air disiapkan dengan perbandingan 15:3:3 kemudian dijenuhkan dalam *chamber* KLT.

Analisis sampel

Sampel yang telah ditotolkan pada pelat KLT dijenuhkan dalam tangki KLT yang sudah diisi fase gerak kemudian hasil di Scan dengan alat Camag TLC Scanner pada panjang gelombang 435 nm.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Rhodamin B merupakan zat pewarna sintesis berbentuk serbuk kristal berwarna kehijauan, dalam bentuk larutan pada konsentrasi berwarna merah keunguan dan konsentrasi rendah berwarna merah terang, termasuk golongan pewarna xanthenes basa, dan terbuat dari metadietilaminofenol dan ftalik anhidrid suatu bahan yang tidak bisa dikonsumsi serta sangat berfluoresensi.



Gambar 1. Struktur Rhodamin B

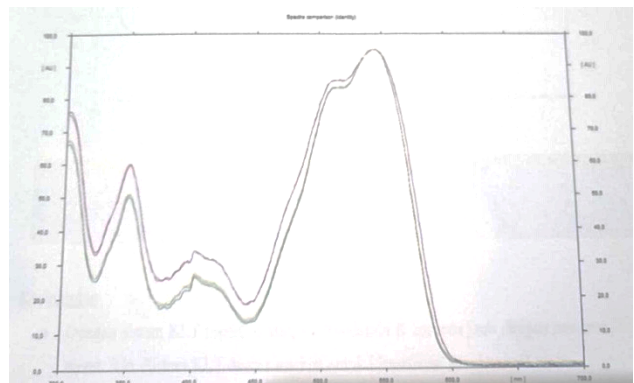
Penggunaan Rhodamin B pada produk makanan dan kosmetik dalam jangka waktu yang lama akan mengakibatkan kanker dan gangguan fungsi hati. Kandungan klorin (Cl) pada Rhodamin B merupakan senyawa halogen yang tidak hanya berbahaya tetapi juga reaktif. Tertelannya klorin (Cl) didalam tubuh akan membuat senyawa tersebut berusaha mendapatkan kestabilan dalam tubuh meski harus dengan mengikat senyawa lain yang berada di dalam tubuh sehingga, kehadirannya menjadi racun bagi tubuh. Senyawa lain yang diikat tersebut tidak lagi berfungsi dengan baik sehingga kinerja tubuh tidak lagi optimal.

Penelitian awal dilakukan pengambilan sampel lipstik dengan memilih harga relatif murah dan dipilih 6 produk yang memiliki kemasan dan keterangan masa kadaluarsa yang dipasarkan di 3 area pasar tradisional di sekitar Universitas Muhammadiyah Surabaya, masing-masing sampel lipstik diberi kode sampel A, B, C, D,E, dan F.

Uji selektifitas pewarna rhodamin B dilakukan dengan menotolkan rhodamin B dan carmin, diperoleh hasil dengan nilai Rf (*Retardation factor*) yakni 0 ($R_f = 0/75$) untuk carmin dan Rhodamin B 0,49 ($R_f = 37/75$) (**Tabel 1**). Uji kemurnian (*purity*) ditunjukkan melalui spektra dengan KLT Densitometri pada **Gambar 2**. Dari hasil data menunjukkan bahwa Rf rodamin B dan carmin berbeda sehingga selektif untuk identifikasi rodamin B.

Tabel 1. Uji Selektifitas Pewarna Rhodamin B

Nama Senyawa	Jarak tempuh Noda	Retardation Factor (Rf)
Carmin	0 mm	0
Rhodamin B	37 mm	0,49

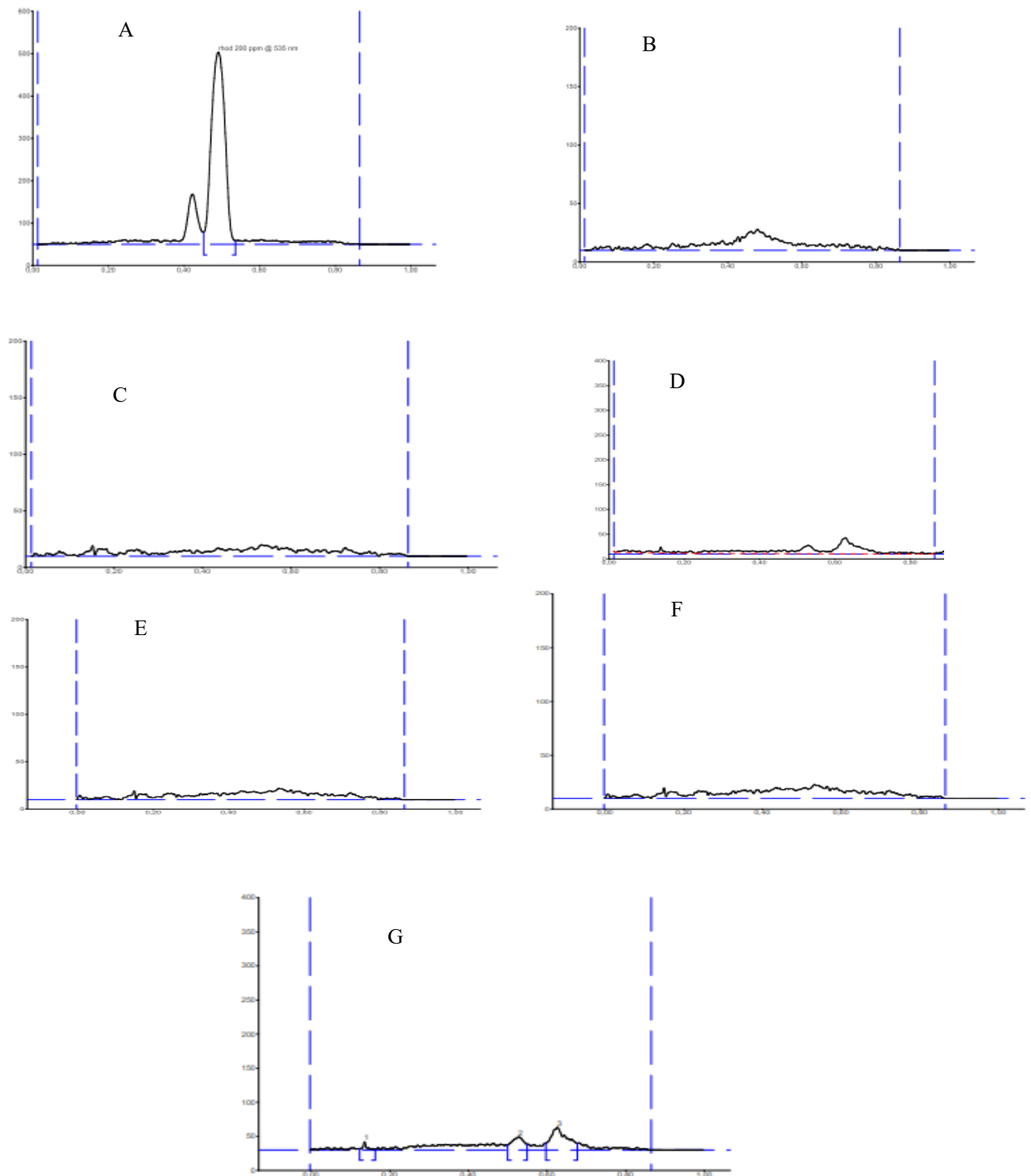


Gambar 2. Identifikasi dan *purity* Rhodamin B

Hasil identifikasi sampel dengan metode KLT-densitometri diperoleh data pada (**Tabel 2**) sedangkan kromatogram standar Rodamin B dan sampel (**Gambar 3**) Berdasarkan hasil tersebut diperoleh hasil bahwa dari keenam lipstick yang diperiksa ternyata semuanya tidak mengandung Rodamin B sebagai zat pewarna yang berbahaya.

Tabel 2. Hasil Uji Sampel Rhodamin B dalam sediaan Lipstik

Track	Nama Sampel	Konsentrasi (ng)	Volume injeksi	Rf	Area
1	Standart Rodamin B	200 ng	5 µg	0,49	14269
2	Sampel A	200 ng	5 µg	-	-
3	Sampel B	200 ng	5 µg	-	-
4	Sampel C	200 ng	5 µg	-	-
5	Sampel D	200 ng	5 µg	-	-
6	Sampel E	200 ng	5 µg	-	-
7	Sampel F	200 ng	5 µg	-	-



Gambar 1.3 Kromatogram dari (A) standar Rodamin B, (B) sampel A, (C) sampel B, (D) sampel C, (E) sampel D, (F) sampel E, (G) sampel F menggunakan fase gerak etil asetat : metanol : 30% ammonium hidroksida (15:3:3)

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian tersebut, diperoleh hasil bahwa dari keenam sampel lipstik yang diidentifikasi ternyata semuanya tidak mengandung Rhodamin B sebagai zat pewarna yang berbahaya.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Laboratorium Farmasi Fakultas Ilmu Kesehatan Universitas Muhammadiyah Surabaya, Laboratorium Unit Layanan Pengujian Farmasi Universitas Airlangga serta semua pihak yang membantu dalam pelaksanaan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Badan POM RI. Siaran pers kampanye cerdas gunakan kosmetik untuk generasi milenial [Internet]. 2018. [dikutip 25 Desember 2021]. Tersedia pada <https://www.pom.go.id/new/view/more/pers/409/SIARAN-PERS---Kampanye-Cerdas-Gunakan-Kosmetik-untuk-Generasi-Milenial.html>.
- Top Brand Award. 2021. [dikutip 25 Desember 2021]. Tersedia pada <https://www.topbrand-award.com/top-brand%20index/?tbi find=wardah>
- BPOM RI. Public warning No IN.05.03.1.43.06.16.2848. Tentang Kosmetik mengandung bahan berbahaya. Jakarta. BPOM RI 2016.
- BPOM RI. Public warning No B. IN. 05.03.1.43.12.17.5965. Tentang Kosmetik mengandung bahan berbahaya. Jakarta. BPOM RI 2017.
- BPOM RI. Public warning No. B-HM. 01.01.1.44.1118.5410. Tentang Kosmetik mengandung bahan berbahaya. Jakarta. BPOM RI 2018.
- BPOM RI. 2021. Public warning No HM.01.1.2.10.21.48. 2021. Tentang Kosmetik mengandung bahan berbahaya. Jakarta. BPOM RI 2021
- Perka BPOM RI. No. HK. 03.1.23.08.11.07517. 2011. Tentang Persyaratan teknis bahan kosmetik. Jakarta. BPOM RI 2011.
- Pubchem pigmen Rhodamin B (compound). 2022. [dikutip 22 Maret 2022]. Tersedia pada <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Rhodamine-B>
- ACM siN 02 *Asean Harmonization Workshop, Identification of Prohibited Colorants in cosmetic Products By TLC and HPLC*, 2005.

LAMPIRAN

NO	URAIAN	JAM KERJA/MINGGU	HONOR/JAM	JUMLAH
1	Ketua	10 Jam x 2	Rp 60.000,00	Rp 120.000,00
2	Anggota	10 Jam x 2	Rp 50.000,00	Rp 100.000,00
3	Pembantu Teknis Lapangan	6 jam x 2	Rp 40.000,00	Rp 80.000,00
Jumlah Biaya				Rp 300.000,00

2 Bahan Habis Pakai dan Peralatan

No	Bahan	Volume	Biaya Satuan	Biaya
1	Kertas HVS 80 gram A4	1 rim	Rp 100.000,00	Rp 100.000,00
2	Tinta Refill Printer HP 360	2 buah	Rp 180.000,00	Rp 360.000,00
3	Alat Tulis	4 Pack	Rp 50.000,00	Rp 200.000,00
4	Materai	19 buah	Rp 10.000,00	Rp 190.000,00
5	Buku Pedoman	20 bh	Rp 35.000,00	Rp 700.000,00
6	Biaya Paket Pulsa	52	Rp 50.000,00	Rp 2.600.000,00
Jumlah Biaya				Rp 4.150.000,00

3 Rincian Pengumpulan dan Pengolahan Data, Laporan, Publikasi Seminar dan Lain-lain

No	Komponen	Volume	Biaya Satuan	Jumlah
1	Pengumpulan dan Pengolahan Data	1	Rp 500.000,00	Rp 500.000,00
2	Penyusunan Laporan	3	Rp 150.000,00	Rp 450.000,00
3	Desiminasi/ Seminar	1	Rp 300.000,00	Rp 300.000,00
4	Publikasi / jurnal	1	Rp 800.000,00	Rp 800.000,00
Jumlah Biaya				Rp 2.050.000,00

4 Perjalanan

Material	Tujuan	Kuantitas	Jumlah
Ketua	a. Pengorganisasian Persiapan Kegiatan	100 kali	Rp 2.000.000,00
	b. Pendampingan Pendidikan dari UMSurabaya		
	c. Evaluasi Kegiatan, dll		
Anggota	a. Pengorganisasian Persiapan Kegiatan	50 kali	Rp 1.500.000,00
	b. Pendampingan Pendidikan dari UMSurabaya		
	c. Evaluasi Kegiatan, dll		
SUB TOTAL			Rp 3.500.000,00

TOTAL KESELURUHAN

**Rp
10.000.000,00**



SURAT TUGAS

Nomor: /TGS/IL.3.AU/LPPM/F/2021

Assalaamu'alaikum Wr. Wb.

Yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Dede Nasrullah, S.Kep., Ns., M.Kep
Jabatan : Kepala LPPM
Unit Kerja : LPPM Universitas Muhammadiyah Surabaya

Dengan ini menugaskan:

No	Nama	NIDN/NIM	Jabatan
1.	Apt. Etik Wahyuningsih, S.Farm., M.Farm	0721118007	Dosen UMSurabaya
2.	Syafira Dewi Auliya	20191666002	Mahasiswa UMSurabaya
3.	Nabila Mirza Azizi	20201666030	Mahasiswa UMSurabaya

Untuk melaksanakan Penelitian kepada masyarakat dengan judul "Identifikasi Rodamin B dalam Lipstik dengan Metode KLT-Densitometri di Pasar Tradisional Sekitar Universitas Muhammadiyah Surabaya". Penelitian ini dilaksanakan di Program Studi S1 Farmasi Fakultas Ilmu Kesehatan UMSurabaya pada tahun akademik 2021-2022.

Demikian surat tugas ini, harap menjadikan periksa dan dapat dilaksanakan dengan penuh tanggung jawab.

Wassalaamu'alaikum Wr. Wb



Surabaya, 20 Agustus 2021

LPPM UMSurabaya

Dede Nasrullah, S.Kep., Ns., M.Kep
NIP. 012.05.1.1987.14.113



Surat Kontrak Penelitian Internal
LEMBAGA PENELITIAN DAN PENELITIAN KEPADA MASYARAKAT (LPPM)
UNIVERSITAS MUHAMMADIYAH SURABAYA
Nomor: /SP/IL.3.AU/LPPM/F/2021

Pada hari ini **Jumat** tanggal **Dua Puluh** bulan **Agustus** tahun **Dua Ribu Dua Puluh Satu**, kami yang bertandatangan dibawah ini :

1. Dede Nasrullah, S.Kep., Ns., M.Kep. : Kepala LPPM UMSurabaya yang bertindak atas nama Rektor UMSurabaya dalam surat perjanjian ini disebut sebagai **PIHAK PERTAMA**;
2. Apt. Etik Wahyuningsih, S.Farm., M.Farm : Dosen UM Surabaya, yang selanjutnya disebut **PIHAK KEDUA**.

untuk bersepakat dalam pendanaan dan pelaksanaan program penelitian:

- Judul : Identifikasi Rodamin B dalam Lipstik dengan Metode KLT-Densitometri di Pasar Tradisional Sekitar Universitas Muhammadiyah Surabaya
- Anggota : Syafira Dewi Auliya, Nabila Mirza Azizi

dengan ketentuan-ketentuan sebagai berikut:

1. **PIHAK PERTAMA** menyetujui pendanaan dan memberikan tugas kepada **PIHAK KEDUA** untuk melaksanakan program Penelitian perguruan tinggi tahun 2021.
2. **PIHAK KEDUA** menjamin keaslian Penelitian yang diajukan dan tidak pernah mendapatkan pendanaan dari pihak lain sebelumnya.
3. **PIHAK KEDUA** bertanggungjawab secara penuh pada seluruh tahapan pelaksanaan Penelitian dan penggunaan dana hibah serta melaporkannya secara berkala kepada **PIHAK PERTAMA**.
4. **PIHAK KEDUA** berkewajiban memberikan laporan kegiatan Penelitian dari awal sampai akhir pelaksanaan Penelitian kepada LPPM selaku **PIHAK PERTAMA**.
5. **PIHAK KEDUA** berkewajiban menyelesaikan urusan pajak sesuai kebijakan yang berlaku.
6. **PIHAK PERTAMA** akan mengirimkan dana hibah Penelitian internal sebesar Rp. 10.000.000,- (Sepuluh Juta Rupiah) ke rekening ketua pelaksana Penelitian.
7. Adapun dokumen yang wajib diberikan oleh **PIHAK KEDUA** sebagai laporan pertanggungjawaban adalah:
 - a. menyerahkan Laporan Hasil Penelitian selambat-lambatnya satu minggu setelah kegiatan usai dilaksanakan
 - b. Memberikan naskah publikasi dan/atau luaran sesuai dengan ketentuan.



8. Jika dikemudian hari terjadi perselisihan yang bersumber dari perjanjian ini, maka **PIHAK PERTAMA** berhak mengambil sikap secara musyawarah.

Surat Kontrak Penelitian ini dibuat rangkap 2 (dua) bermaterai cukup, dan ditandatangani dengan nilai dan kekuatan yang sama.

Pihak Pertama



Dede Nasrullah, S.Kep., Ns., M.Kep
NIP. 012.05.1.1987.14.113

Pihak Kedua



Apt. Etik Wahyuningsih, S.Farm., M.Farm
NIDN. 0721118007



KUITANSI

Sudah terima dari : Bendahara LPPM
Uang sebesar : Sepuluh Juta Rupiah (dengan huruf)
Untuk pembayaran : Pelaksanaan Penelitian dengan pendanaan Internal

Rp. 10.000.000,00

Surabaya, 20 Agustus 2021

Bendahara LPPM,
Universitas Muhammadiyah Surabaya

Holy Ichda Wahyuni

Ketua Penelitian

Apt. Etik Wahyuningsih, S.Farm., M.Farm