

Identify the Rhodamin B on lipsticks in the market Using Thin Layer Chromatography (TLC) Method

(Identifikasi Pewarna Rhodamin B Pada Lipstik dengan Metode Kromatografi Lapis Tipis (KLT))

Nurul Fajriani^{1*}, Hadi Kurniawan¹, Fajar Nugraha¹

¹ Jurusan Farmasi, Fakultas Kedokteran, Universitas Tanjungpura, Jl. Prof. Dr. H. Hadari Nawawi Kota Pontianak 78124, Indonesia

* Penulis Korespondensi. Email: nurulfajriani@student.untan.ac.id

ABSTRAK

Rhodamin B merupakan pewarna sintetis yang digunakan sebagai pewarna kertas dan tekstil. Pewarna ini dilarang penggunaannya pada kosmetik termasuk lipstik karena dapat menyebabkan iritasi kulit, iritasi pada saluran pencernaan, keracunan, serta dapat menyebabkan kanker. Penelitian ini bertujuan untuk mengidentifikasi senyawa Rhodamin B yang terkandung pada lipstik yang beredar di pasar area Kota Pontianak. Pengambilan sampel dilakukan dengan menggunakan teknik purposive sampling, diperoleh 7 sampel lipstik yang beredar di pasar area Kota Pontianak. Identifikasi Rhodamin B pada lipstik ini dilakukan dengan metode Kromatografi Lapis Tipis menggunakan plat silica gel GF 254 dan fase gerak berupa campuran n-butanol, etil asetat, dan ammonia dengan perbandingan (10:4:5). Hasil dari penelitian ini didapatkan 2 sampel yang positif mengandung Rhodamin B yaitu sampel A dan E. Nilai Rf pada sampel sebesar 0,75 dan 0,675 yang mendekati nilai Rf baku pembanding Rhodamin B yaitu 0,7375. Hasil identifikasi menunjukkan bahwa dari 7 sampel lipstik terdapat 2 sampel yang positif mengandung pewarna Rhodamin B.

Kata Kunci:

Lipstik; Rhodamin B; Kromatografi Lapis Tipis

Diterima:
23-06-2022

Disetujui:
13-08-2022

Online:
01-09-2022

ABSTRACT

Rhodamine B is a synthetic dye used as a dye for paper and textiles. This dye is prohibited from being used in cosmetics including lipstick because it can cause skin irritation, irritation to the digestive tract, poisoning, and can cause cancer. The research aims to identify Rhodamine B contained in lipstick circulating in the market area of Pontianak City. Sampling was carried out using purposive sampling technique, obtained 7 samples of lipstick circulating in the market area of Pontianak City. The analysis of Rhodamine B in this lipstick was carried out by Thin Layer Chromatography method using silica gel plate GF 254 and the mobile phase is a mixture of n-butanol, ethyl acetate, and ammonia in a ratio (10:4:5). The results of this study obtained 2 positive samples containing Rhodamine B, namely samples A and E. The Rf values in the samples were 0.75 and 0.675, which were close to the Rf value for the comparison of Rhodamine B, which was 0.7375. The identification results showed that from 7 lipstick samples there were 2 samples positive for Rhodamine B dye.

Copyright © 2022 Jsscr. All rights reserved.

Keywords:

Lipstick; Rhodamine B; Thin Layer Chromatography

Received:
2022-06-23

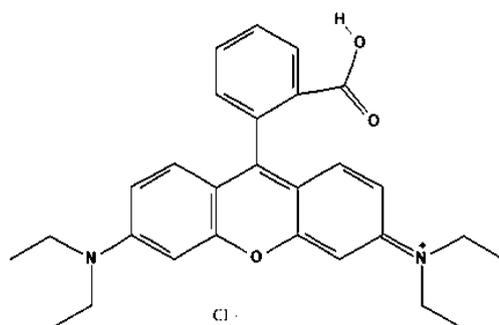
Accepted:
2022-08-13

Online:
2022-09-01

1. Pendahuluan

Industri kosmetika dilaporkan semakin berkembang pesat pada tahun 2019, dengan kisaran pertumbuhan mencapai 9%. Penggunaan kosmetika pada saat ini tidak hanya digunakan pada kaum wanita, tetapi juga digunakan pada kaum pria [1]. Menurut Peraturan Badan Pengawas Obat dan Makanan Nomor 23 Tahun 2019, definisi kosmetika adalah bahan atau sediaan yang dimaksudkan untuk digunakan pada bagian luar tubuh manusia seperti epidermis, rambut, kuku, bibir, dan organ genital bagian luar, atau gigi dan membran mukosa mulut terutama untuk membersihkan, mewangikan, mengubah penampilan, dan/atau memperbaiki bau badan atau melindungi atau memelihara tubuh pada kondisi baik [2].

Kosmetik yang sering digunakan salah satunya adalah lipstik. Produk lipstik yang baik harus mampu mempercantik warna bibir, memberikan nutrisi dan melembabkan bibir, serta aman digunakan. Terdapat 9 bahan utama yang digunakan pada lipstik, diantaranya lilin, minyak, lemak, acetogliserida, zat-zat pewarna, surfaktan, antioksidan, bahan pengawet, dan bahan pewangi [3]. Zat warna dibagi menjadi 2 yaitu, zat warna alami yang diperoleh dari bagian tumbuhan dan zat warna sintetik yang berasal dari reaksi antara dua atau lebih senyawa kimia [4]. Zat warna alami lebih aman digunakan dalam kosmetik dibandingkan dengan zat warna sintetik. Namun, pada kenyataannya beberapa produsen sering menyalahgunakan zat warna sintetik dalam pembuatan kosmetik karena memiliki keuntungan yaitu penggunaannya lebih praktis, murah, stabil, seragam dan memberikan warna yang kuat. Zat warna sintetik yang sering disalahgunakan pada kosmetik lipstik ini adalah Rhodamin B [5].



Gambar 1. Struktur Rhodamin B [6]

Merujuk pada Keputusan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan No. KH.00.01.432.6147 tentang kosmetik mengandung bahan berbahaya dan zat pewarna yang dilarang, zat warna Rhodamin B dilarang penggunaannya pada kosmetik termasuk lipstik karena merupakan zat warna yang bersifat karsinogenik dan dalam konsentrasi tinggi dapat menyebabkan kerusakan hati [7]. Rhodamin B biasanya digunakan dalam industri cat, tekstil, dan kertas [8]. Pewarna ini telah dilarang penggunaannya, namun masih banyak oknum produsen menggunakan pewarna Rhodamin B sebagai pewarna dalam pembuatan lipstik karena harganya yang terjangkau dan memberikan kesan warna yang lebih cerah [3]. Metode yang digunakan untuk mengidentifikasi ada atau tidaknya senyawa ini di dalam sampel lipstik yang

beredar di pasar sekitar Kota Pontianak dilakukan dengan metode Kromatografi Lapis Tipis (KLT).

Kromatografi Lapis Tipis (KLT) adalah teknik kromatografi yang berdasar pada prinsip adsorpsi. Konfigurasi KLT berbentuk planar (plate) berbeda dengan kromatografi kolom [9]. KLT banyak digunakan untuk tujuan analisis karena metode ini sederhana. Analisis menggunakan KLT lebih mudah dan murah dibandingkan dengan kromatografi kolom. Peralatan yang digunakan lebih sederhana, proses analisis cepat, sehingga pengujian dapat dilakukan hampir di semua laboratorium [10]

2. Metode

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini, yaitu batang pengaduk, *bulb filler*, cawan porselen, *chamber*, corong kaca (Pyrex), gelas beaker (Pyrex), gelas ukur (Pyrex), kaca arloji, kertas saring, labu ukur (Pyrex), lampu UV, neraca analitik, *oven*, pipet kapiler, pipet tetes, pipet ukur (Pyrex), hot plate, vial. Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini, yaitu amonia (Merck®), asam klorida p.a (Merck®), aquades, baku Rhodamin B (Merck®), etil asetat (Merck®), n-butanol (Merck®), natrium sulfat anhidrat (Merck®), plat KLT silika gel GF 254 (Merck®), sampel lipstik yang diambil secara acak yang beredar di beberapa pasar area Kota Pontianak.

Populasi dan Sampel

Populasi dalam penelitian ini adalah lipstik yang dijual di toko kosmetik yang beredar di beberapa pasar area Kota Pontianak yaitu Pasar Tengah Pontianak dan Pasar Akcaya Pontianak. Sampel diambil dari beberapa toko kosmetik dengan teknik *purposive sampling*. Sampel sebanyak 7 buah produk lipstik dengan merk yang berbeda. Produk tersebut masing-masing diberi kode A, B, C, D, E, F, dan G. Produk yang diambil sebagai sampel harus memenuhi kriteria inklusi dan eksklusi.

Kriteria inklusi pada penelitian ini, yaitu: Lipstik berwarna merah. Beredar di pasar tradisional Kota Pontianak. Produk tidak dapat dilacak pada aplikasi cek BPOM atau tidak ada identitas pada kemasan.

Kriteria eksklusi pada penelitian ini, yaitu: Produk yang memiliki nomor BPOM dan teregistrasi di aplikasi cek produk BPOM. Produk yang berbentuk cairan atau krim.

Pembuatan Larutan Uji

Pembuatan larutan uji dengan cara diambil 250 mg cuplikan lipstik, diletakkan di gelas beaker 100 mL. Kemudian, ditambah 10 mL Asam Klorida 4 M dan 10 mL aquades, dipanaskan sampel dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit. Kemudian, hasil leburan disaring dengan kertas saring yang sudah terisi Natrium Sulfat Anhidrat. Filtrat diambil dan dimasukkan ke dalam vial. Larutan uji diberi identitas A, B, C, D, E, F, dan G.

Pembuatan Larutan Baku Rhodamin B

Larutan baku pembanding Rhodamin B sebagai baku pembanding. Baku Rhodamin B diambil 5 mg dan dimasukkan ke dalam labu ukur 5 mL. Kemudian, dilarutkan dengan aquades sampai tanda batas. Larutan baku dikocok hingga homogen dan didapatkan konsentrasi larutan induk sebesar 1000 ppm.

Persiapan Fase Gerak

Fase gerak yang digunakan yaitu n-butanol, etil asetat, dan amonia dengan perbandingan (10:4:5) [11]. Fase gerak dibuat sebanyak 25 ml dengan mencampurkan 13,15 mL n-butanol; 5,26 mL etil asetat; dan 6,57 mL amonia. Kemudian, dilakukan penjuhan pada *chamber*.

Persiapan Fase Diam

Plat KLT silika gel GF 254 nm berukuran 10 x 10 cm diaktifkan dengan cara dipanaskan dalam *oven* dengan suhu 105 °C selama 30 menit. Kemudian, plat diberi tanda menggunakan pensil dengan jarak 1 cm dari tepi atas dan tepi bawah. Jarak penotolan antar sampel sebesar 1 cm [12].

Identifikasi Sampel dengan KLT

Larutan sampel dan larutan baku ditotolkan pada plat KLT dengan menggunakan pipet kapiler pada jarak 1 cm dari bagian bawah dan atas plat, jarak antar noda adalah 1 cm. Kemudian, plat KLT yang mengandung cuplikan dimasukkan ke dalam *chamber* yang telah dijenuhkan. Lalu, dibiarkan fase bergerak naik sampai hampir mendekati batas atas plat KLT. Kemudian, plat diangkat dan dibiarkan mengering. Diamati noda secara visual, di bawah sinar UV 254 nm dan 366 nm. Hasil bercak ditandai menggunakan pensil. Kemudian, dihitung nilai Rf sampel dan dibandingkan dengan nilai Rf baku pembanding [12].

Perhitungan Nilai Rf (*Retention factor*)

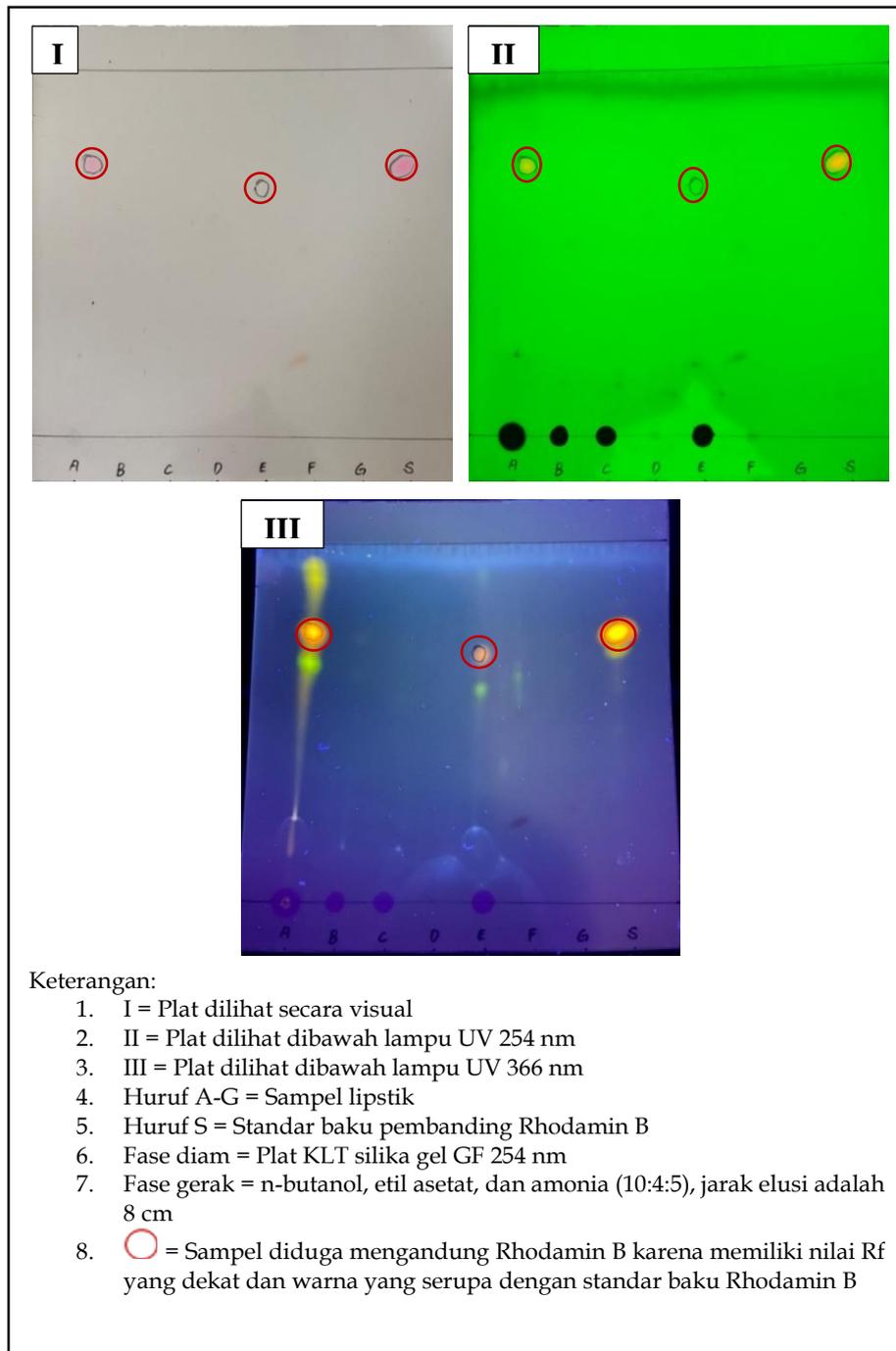
Nilai Rf menggambarkan jarak yang ditempuh oleh komponen tertentu dibagi dengan jarak yang ditempuh oleh solven [13]. Faktor yang dapat memengaruhi nilai Rf yaitu jumlah penotolan, suhu, dan uap dalam bejana pengembangan yang digunakan. Faktor ini dapat menyebabkan perbedaan nilai Rf pada pengulangan yang dilakukan dan hasil yang didapatkan bisa saja berbeda jauh. Rumus yang digunakan untuk menghitung nilai Rf, yaitu [14]:

$$Rf = \frac{\text{Jarak titik pusat bercak dari titik awal}}{\text{Jarak yang ditempuh oleh solven}}$$

3. Hasil dan Pembahasan

Pengujian kualitatif pada penelitian ini dilakukan dengan metode Kromatografi Lapis Tipis (KLT). Sampel yang digunakan pada penelitian ini sebanyak 7 sampel dengan merk lipstik yang berbeda-beda. Sampel tersebut diberi identitas A, B, C, D, E, F, dan G. Pengujian dimulai dengan pembuatan larutan uji. Pembuatan larutan uji dilakukan dengan menambahkan asam klorida dan aquades ke dalam sampel lipstik, lalu dipanaskan dan diaduk dengan *magnetic stirrer*. Asam klorida atau HCl digunakan untuk mendestruksi senyawa yang ada di dalam sampel serta menstabilkan kandungan Rhodamin B yang ada di dalam sampel lipstik agar tidak berubah bentuk dari terionisasi menjadi netral [15].

Proses pemanasan dilakukan untuk membantu ekstraksi senyawa pada sampel serta dapat mengencerkan sampel dari bentuk semisolid menjadi larutan sehingga penarikan analit dalam sampel menjadi lebih mudah [16]. Kemudian, hasil leburan disaring dengan kertas saring yang berisi natrium sulfat anhidrat hingga didapatkan filtrat yang jernih. Selanjutnya, filtrat yang dihasilkan dimasukkan ke dalam vial. Penyaringan dilakukan untuk mendapatkan sampel yang jernih dan bebas dari endapan [15]. Natrium sulfat anhidrat ditambahkan pada kertas saring saat proses penyaringan berfungsi untuk memisahkan air dan minyak [17].



Gambar 2. Hasil bercak pada plat KLT

Larutan yang didapat dari proses preparasi sampel digunakan sebagai larutan uji atau larutan sampel. Identifikasi dengan menggunakan KLT yaitu pemisahan komponen kimia berdasarkan prinsip adsorpsi dan partisi yang ditentukan oleh fase diam (adsorben) dan fase gerak (eluen) [18]. Identifikasi awal pada suatu senyawa didasarkan pada perbandingan nilai R_f antara sampel dan standar [16]. Proses KLT menggunakan dua fase yaitu fase diam dan fase gerak. Fase diam yang digunakan yaitu plat silica gel GF 254 nm yang mampu berfluoresensi dengan baik pada sinar UV dengan panjang gelombang 254 nm [19]. Fase gerak yang digunakan yaitu n-butanol, etil asetat, dan amonia dengan perbandingan (10:4:5). Fase gerak yang digunakan memiliki sifat kepolaran yang dekat dengan senyawa Rhodamin B. Semakin dekat kepolaran senyawa dengan eluen atau fase geraknya maka senyawa tersebut akan semakin terbawa oleh fase gerak yang digunakan [20]. Noda yang dihasilkan dari proses KLT ini diamati secara visual dan di bawah lampu UV pada panjang gelombang 254 nm dan 366 nm, lalu dihitung nilai R_f nya (Gambar 2).

Berdasarkan penelitian Sa'ad dan Biasa [12,20] noda yang mengandung senyawa Rhodamin B jika dilihat secara visual akan berwarna merah muda, apabila dilihat di bawah sinar UV dengan dengan panjang gelombang 254 nm dan 366 nm akan nampak berfluoresensi kuning atau orange, serta harga R_f antara bercak sampel dan baku pembanding sebagai kontrol positif saling mendekati dengan selisih harga $\leq 0,2$ [12,20]. Hasil pengujian sampel dengan KLT terdapat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil identifikasi senyawa Rhodamin B

Identitas Sampel	Visual	UV 254 nm	UV 366 nm	Harga R_f (cm)	Hasil
Standar Baku	Merah muda	Berfluoresensi orange	Berfluoresensi orange	0,7375	Positif
A	Merah muda	Berfluoresensi orange	Berfluoresensi orange	0,75	Positif
B	-	-	-	-	Negatif
C	-	-	-	-	Negatif
D	-	-	-	-	Negatif
E	Merah muda samar	-	Berfluoresensi orange	0,675	Positif
F	-	-	-	-	Negatif
G	-	-	-	-	Negatif

Berdasarkan Tabel 1, terdapat 2 sampel yang dikatakan positif mengandung Rhodamin B, yaitu pada sampel A dan E. Pada sampel A, noda terlihat jelas saat dilihat secara visual maupun di bawah lampu UV. Pada sampel E, noda terlihat samar secara visual, tidak terlihat di bawah lampu UV dengan panjang gelombang 254 nm, namun noda terlihat di bawah lampu UV 366 nm. Hal ini mungkin terjadi pada sampel E dikarenakan senyawa Rhodamin B yang terdapat dalam sampel E memiliki konsentrasi yang lebih kecil daripada sampel A. Nilai R_f dari sampel A sebesar 0,75 dan sampel E sebesar 0,675. Faktor yang menyebabkan nilai R_f berbeda, antara lain adanya perbedaan fisikokimia, pengaruh dari senyawa lain yang ada di dalam sampel, aktivitas plat, tebal dan kerataan plat, serta kejenuhan dan uap di dalam chamber [19].

Hasil penelitian ini dapat memperlihatkan bahwa masih ada produsen yang memproduksi lipstik dengan menambahkan Rhodamin B sebagai pewarna dalam kosmetiknya. Merujuk pada keputusan Kepala BPOM, pewarna Rhodamin B ini sudah jelas dilarang penggunaannya pada kosmetik. Masyarakat sebagai produsen, pedagang maupun konsumen perlu diberi edukasi mengenai bahaya dari senyawa Rhodamin B. Harapan untuk kedepannya agar produsen kosmetik tidak menggunakan Rhodamin B sebagai pewarna pada kosmetik. Pedagang kosmetik juga diharapkan dapat menjual kosmetik yang sudah terdapat izin edar. Masyarakat sebagai konsumen juga perlu berhati-hati dalam memilih produk kosmetik agar dapat terhindar dari bahan-bahan berbahaya yang merugikan bagi kesehatan. Badan Pengawas Obat dan Makanan menyatakan bahwa produk kosmetik yang aman dapat dilihat pada kemasan dan label produk, tanggal kadaluarsa serta terdapat no izin edar yang dapat di cek melalui aplikasi atau *website* cek BPOM [21].

4. Kesimpulan

Kesimpulan dari penelitian ini yaitu 2 dari 7 sampel lipstik setelah diidentifikasi dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT) terbukti mengandung pewarna Rhodamin B. Sampel tersebut yaitu sampel yang diberi tanda A dan E, dimana kedua sampel tersebut menampakkan bercak dengan nilai Rf masing-masing sebesar 0,75 dan 0,675. Nilai tersebut mendekati nilai Rf baku pembanding Rhodamin B yaitu sebesar 0,7375.

Referensi

- [1] Direktorat Pengawasan Kosmetik. Laporan Tahunan. Direktorat Pengawasan Kosmetik. Jakarta: Direktorat Pengawasan Kosmetik; 2020.
- [2] BPOM RI. Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat Dan Makanan RI Nomor 23 Tahun 2019 Tentang Persyaratan Teknis Bahan Kosmetika. Jakarta: BPOM RI; 2019.
- [3] Jusnita N, Nandu LSS. Identifikasi Rhodamin B pada sediaan lipstik yang beredar di pasar Jakarta Utara dengan metode Kromatografi Lapis Tipis. *Indonesia Natural Research Pharmaceutical*. 2017;1:1-9.
- [4] Purniati NK, Rama M. Identifikasi zat warna Rhodamin B pada lipstik yang beredar di pasar Kota Palu. *Jurnal Akademika Kimia*. 2015;4:155-60.
- [5] Riyanti HB, Sutiasningsih, Sarsongko AW. Identifikasi Rhodamin B dalam lipstik dengan metode KLT dan Spektrofotometri UV-VIS. *Bioeduscience*. 2018;2:68-73.
- [6] National Center for Biotechnology Information. PubChem Rhodamine B (Compound) [Internet]. National Center for Biotechnology Information. Available from: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/6694>
- [7] BPOM RI. Keputusan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan No. KH.00.01.432.6147 tentang kosmetik mengandung bahan berbahaya dan zat pewarna yang dilarang. Jakarta: BPOM RI; 2008.
- [8] Elfasyari TY, Putri MA, Andayani R. Analisis Rhodamin B pada lipstik impor yang beredar di Kota Batam secara Kromatografi Lapis Tipis dan Spektrofotometri UV-Vis. *Jurnal Farmasi Indonesia*. 2020;17:54-61.
- [9] Rubiyanto D. Metode Kromatografi Prinsip Dasar, Praktikum dan Pendekatan Pembelajaran Kromatografi. Yogyakarta: Deepublish; 2017.

- [10] Gandjar IG, Rohman A. Kimia Farmasi Analisis. Yogyakarta: Pustaka Pelajar; 2017.
- [11] Nanda EV, Darayani AE. Analisis Rhodamin B pada lipstik yang beredar via online shop menggunakan metode Kromatografi Lapis Tipis (KLT) dan Spektrofotometri UV-Vis. Sainstech Farma. 2018;11:17-20.
- [12] Biasa A, Maarisit W, Pareta D, Lengkey YK. Analisis Rhodamin B pada lipstik yang beredar di Pasar Lirung Kabupaten Kepulauan Talaud. Jurnal Biofarmasetikal Tropis. 2021;4:53-7.
- [13] Martin EA. Kamus Sains. Sixth. Setyaningrum, editor. Yogyakarta: Pustaka Pelajar; 2012.
- [14] Noviyanto F. Penetapan Kadar Ketoprofen dengan Metode Spektrofotometri UV-Vis. Bandung: Media Sains Indonesia; 2020.
- [15] Anggraini N. Identifikasi Zat Pewarna Rhodamin B Pada Lipstik Dan Perona Pipi yang di Pasarkan di Pasar Tengah Bandar Lampung. [Bandar Lampung]: Universitas Islam Negeri Raden Intan Lampung; 2019.
- [16] Wulandari L. Kromatografi Lapis Tipis. Taman Kampus Presindo. Jember: PT. Taman Kampus Presindo; 2011.
- [17] Marfina A, Cahyono E, Mursiti S, Harjono. Sintesis nanopartikel emas dengan bioreduktor minyak atsiri Kayu Manis (*Cinnamomum burmannii*). Indonesian Journal of Chemical Science. 2019;8:126-32.
- [18] Stahl E. Thin-Layer Chromatography: A Laboratory Handbook. New York: Springer; 2013.
- [19] Primadiamanti A, Feladita N, Rositasari E. Identifikasi hidrokuinon pada krim pemutih racikan yang beredar di Pasar Tengah Bandar Lampung secara Kromatografi Lapis Tipis (KLT). Jurnal Analis Farmasi. 2018;3:94-101.
- [20] Sa'ad AA, Fajar DR, Alawiyah T. Kandungan Rhodamin B pada sediaan lip tint yang digunakan mahasiswa Stikes Pelamonia. Media Farmasi. 2019;15:125-31.
- [21] BPOM RI. Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor HK.03.1.23.12.11.10719 Tahun 2011 Tentang Tata Cara Pemusnahan Kosmetika. BPOM RI. Jakarta: BPOM RI; 2011.