

PENENTUAN KADAR ZNO DALAM BEDAK WAJAH MENGGUNAKAN SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM

Sophi Damayanti*, Eko Prayitno, Farel Fhahrizal, Adi Suwandi

Informasi Penulis

Departemen FarmakoKimia,
Sekolah Farmasi,
Institut Teknologi
Bandung, Bandung
40132, Indonesia
***Korespondensi**
Sophi Damayanti
email:sophi.
damayanti@fa.itb.ac.id

ABSTRAK

Seng (Zn) dalam bentuk seng oksida (ZnO) merupakan bahan tabir surya yang terdapat dalam berbagai kosmetik antara lain dalam produk bedak. ZnO apabila berpenetrasi ke dalam kulit dalam jumlah berlebih dapat menyebabkan terjadinya fotosensitisasi sehingga penggunaannya di dalam kosmetik dibatasi oleh pemerintah. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengembangkan metode penentuan kadar Zn dalam bedak dan menggunakannya untuk penentuan kadar Zn dalam beberapa sampel bedak yang beredar di Indonesia dengan menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA). Persamaan linearitas metode dari hasil pengukuran larutan standar Zn yaitu $y = 0,0088x + 0,0029$ dengan koefisien regresi 0,9999. Metode analisis memiliki batas deteksi dan batas kuantifikasi sebesar 0,101 $\mu\text{g/mL}$ dan 0,306 $\mu\text{g/mL}$. Pengukuran kadar ZnO pada 12 sampel bedak yang beredar di pasaran menunjukkan hasil yang beragam dengan rentang 1,74 – 25,76 %, dari hasil tersebut diketahui bahwa 2 dari 12 sampel mengandung ZnO dengan kadar yang melebihi persyaratan Badan Pengawas Obat dan Makanan (BPOM) Republik Indonesia.

Kata kunci: spektroskopi serapan atom, ZnO, bedak.

(DETERMINATION OF ZNO CONTENT IN FACE POWDER USING ATOMIC ABSORPTION SPECTROSCOPY.)

ABSTRACT

Zinc (Zn) in the compound of zinc oxide (ZnO) is a sunscreen ingredients contained in various cosmetics including in face powder. ZnO can cause photosensitization if it is absorbed into the skin in excess amount. Therefore, the use in cosmetics is restricted by the government. The purpose of this study was to develop a method of determining the Zn content in face powder and to use it for the determination of Zn content in marketed products in Indonesia using atomic absorption spectroscopy (AAS). The linearity equation of the method obtained from measurement of Zn standard solution is $y = 0,0088x + 0,0029$ with regression coefficient of 0,9999. The Limit of Detection (LOD) and Limit of Quantification (LOQ) of the method are 0.101 $\mu\text{g} / \text{mL}$ and 0.306 $\mu\text{g} / \text{mL}$, respectively. Measurements of ZnO levels in 12 face powder samples on the market showed mixed results in a range of 1.74 to 25.76 %. In addition, it was found that 2 of the 12 samples contained ZnO with levels exceeding the allowed range from the National Agency of Drug and Food Control Republic of Indonesia.

Keywords: atomic absorption spectroscopy, ZnO, face powder.

Pendahuluan

Indonesia merupakan negara berkembang dengan jumlah populasi terbesar keempat di dunia. Jumlah penduduk Indonesia pada tahun 2016 adalah 260 juta dan sekitar 60% penduduknya adalah wanita. Berdasarkan tren global, jumlah wanita karir Indonesia menempati ranking 10 di dunia. Di daerah beriklim tropis seperti Indonesia yang penduduknya rentan terhadap cuaca panas, polusi, dan sinar ultraviolet (UV), wanita cenderung akan mempertimbangkan penggunaan kosmetik untuk melindungi dan memperbaiki penampilannya. Kosmetika adalah bahan atau campuran bahan untuk digosokkan, dilekatkan, dituangkan, dipercikkan atau disemprotkan pada, dimasukkan dalam, dipergunakan pada badan atau bagian badan manusia dengan maksud untuk membersihkan, memelihara, menambah daya tarik atau mengubah rupa dan tidak termasuk golongan obat (Permenkes RI 1976).

Salah satu kosmetik yang sering digunakan adalah bedak wajah. Bedak wajah memiliki fungsi utama menutupi bagian kulit yang cacat seperti komedo, flek, jerawat, dan mengurangi kilauan yang muncul akibat produksi minyak oleh kelenjar. Dewasa ini banyak produk bedak wajah yang memiliki fungsi sebagai tabir surya untuk mengurangi kerusakan kulit akibat sinar UV (FDA, 1999). Produk bedak tersebut umumnya menggunakan senyawa yang berperan sebagai *sunscreen agent*, salah satunya senyawa zink oksida (ZnO). Senyawa ZnO menjadi salah satu bahan kosmetik yang berasal dari bahan mineral dengan sumber yang banyak sehingga diproduksi secara masif oleh produsen kosmetik. Formulasi bedak dengan *sunscreen agent* dianggap lebih praktis dan aman dibanding penggunaan beberapa macam kosmetik dengan fungsi berbeda-beda yang mempunyai resiko iritasi, alergi, dan interaksi antar zat kandungannya.

Penggunaan ZnO pada produk kosmetik dibatasi oleh BPOM RI dengan kadar maksimum yang diperbolehkan adalah 25% dari total sediaan. Pembatasan ini didasarkan pada resiko bahaya ZnO dengan kadar besar dapat menimbulkan reaksi fotokatalitik dengan menghasilkan senyawa

radikal *Reactive Oxygen Species* (ROS) dan fotosensitasi. ZnO dengan kadar maksimum 25% dianggap aman dan tidak menimbulkan efek samping pada manusia setelah penggunaannya secara topikal (TGA 2013, BPOM RI 2015).

Pengembangan metode analisis ZnO dalam produk bedak perlu dikembangkan untuk keperluan pengawasan terhadap produk yang beredar. Beberapa metode analisis Zn telah dilaporkan menggunakan spektrofotometri serapan atom, laser scanning confocal microscopy, atomic force microscopy, X-ray diffraction (XRD), transmission electron microscopy (TEM) dan kromatografi (Kondoh and Takano 1987, Pei-Jia *et al* 2015, Koedam 2015). Sebelumnya telah dilaporkan penggunaan instrumen Spektrometri Serapan Atom (SSA) dalam sampel BB cream dengan limit of detection (LOD) dan limit of quantitation (LOQ) sebesar 0,033 dan 1,057 µg/ml (Mat 2015). Pada penelitian ini digunakan instrumen yang sama untuk menganalisis kadar ZnO dalam beberapa merk bedak yang beredar di pasaran dengan keunggulan aplikasi pada sampel yang berbeda. Tujuan dari penelitian ini adalah menguji metode dan menentukan ZnO pada bedak.

Percobaan

Bahan

Asam klorida (HCl) 37%, *aqua deionised*, 12 sampel bedak wajah, talk, larutan standar Zn.

Alat

Gelas kimia 100 mL, spatula, penangas, *ball filler*, pipet tetes, pipet ukur 1 mL, 5 mL, dan 10 mL, labu ukur 10 mL, 25 mL, dan 100 mL, spektroskopi serapan atom (SPECTRAA 50/55 Screen).

Prosedur

Penyiapan Sampel Plasebo

Sampel plasebo menggunakan 2 g talk yang *dispike* menggunakan larutan standar Zn dengan konsentrasi 40, 50, dan 60 µg/mL untuk uji akurasi dan presisi.

Penyiapan Sampel

Penyiapan sampel dilakukan dengan cara destruksi basah. Sampel sebanyak 2 g dimasukkan ke dalam gelas kimia 100mL kemudian ditambahkan 5 mL *aqua deionised* dan diikuti dengan HCl 37% sebanyak 5 mL. Pemanasan digunakan metode konvensional

dengan sistem tertutup. Sampel ditempatkan di pemanas dengan beberapa kali pengadukan. Sampel diambil dari pemanas setelah 20-25 menit, didinginkan di suhu ruang dan difiltrasi. Filtrat ditambahkan dengan 5 mL HCl 37% dan dilakukan proses pemanasan selama 10-15 menit. Larutan ditambahkan 5 mL *aqua deionized* dan 5 mL HCl 37% kemudian dipanaskan lagi. Filtrat akhir ditambahkan *aqua deionized* sampai batas kalibrasi di labu ukur.

Analisis Kandungan ZnO dari produk bedak

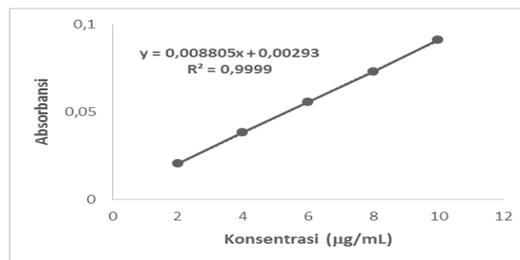
Sebanyak dua belas sampel produk bedak yang mengandung ZnO dikumpulkan dan didestruksi dengan HCl 37%. Larutan sampel diencerkan untuk mendapatkan absorbansi pada rentang linearnya.

Hasil dan Pembahasan

Analisis spektrometri absorpsi atom merupakan metode yang tepat untuk penentuan mineral dalam sampel (William 1996). Penelitian lain menunjukkan metode yang selektif untuk analisis Zn adalah dengan melakukan pre-labelling terlebih dahulu dan menggunakan metode kromatografi (Kondoh and Takano 1987) sedangkan dalam penelitian ini menggunakan lampu *hollow-cathode* Zn pada instrumen.

Pengembangan metode analisis meliputi validasi yang membuktikan bahwa metode dapat dipercaya dan digunakan untuk analisis. Beberapa panduan mengenai verifikasi metode dan validasi dapat diikuti untuk diterapkan dalam pengembangan dan pengujian metode (Chung 2004, APVMA 2004, Ermer and Miller 2005, ICH 2005).

Pembuktian linearitas hubungan antara kadar Zn dengan respon instrumen dilakukan dengan mengukur absorbansi larutan standar dengan konsentrasi 2-10 µg/mL. Hasil pengukuran absorbansi larutan standar dan kurva kalibrasi yang diperoleh diperlihatkan pada Tabel 1 dan Gambar 1.



Gambar 1. Hubungan antara konsentrasi larutan standar Zn dan absorbansi

Tabel

Tabel 1. Hasil pengukuran absorbansi larutan standar Zn

Konsentrasi (bpj)	Absorbansi Rata - Rata*
2	0,0206
4	0,0383
6	0,0556
8	0,0730
10	0,0913

*dilakukan 3 kali replikasi

Evaluasi linearitas berdasarkan nilai koefisien korelasi. Diperoleh persamaan regresi $y = 0,008805x + 0,00293$ dengan R^2 sebesar 0,9999. Penentuan *limit of detection* (LOD) dan *limit of quantification* (LOQ) dihitung berdasarkan kurva kalibrasi yang diperoleh. Nilai LOD dan LOQ masing-masing didapatkan sebesar 0,101 dan 0,306 µg/mL.

Uji akurasi dilakukan dengan pengukuran konsentrasi larutan standar dan *spiked placebo*. Evaluasi akurasi metode berdasarkan nilai persen perolehan kembali hasil pengukuran. Hasil uji akurasi larutan standar dan *spiked placebo* ditunjukkan masing-masing pada Tabel 2.

Tabel 2. Hasil Uji Akurasi Konsentrasi Larutan Zn Standar dan *Spiked Placebo*

Larutan Standar Zn		
Konsentrasi Teoritis (bpj)	Konsentrasi Terukur (bpj)*	%Recovery
4	4,02 ± 0,06	100,5 ± 1,50
5	5,15 ± 0,06	103,13 ± 1,31
6	5,98 ± 0,06	99,82 ± 1,09
Larutan <i>Spiked Placebo</i>		
Konsentrasi Teoritis (bpj)	Konsentrasi Terukur (bpj)*	%Recovery
4	4.05 ± 0,06	101,46 ± 1,63
5	4,96 ± 0,13	99,34 ± 2,60
6	6,21 ± 0,06	103,6 ± 1,09

*Hasil yang ditampilkan adalah rata-rata dari 3 replikasi

diperoleh persen perolehan kembali berkisar dari 99,82 - 103,13 % untuk standar dan 99,34 - 103,6 % untuk *spiked placebo*. Uji presisi dilakukan menggunakan larutan standar Zn dan *spiked placebo* pada periode pengujian intraday dan interday. Hasil uji presisi ditunjukkan pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil Uji Presisi Konsentrasi Larutan Zn Standar dan *Spiked Placebo*

Larutan Standar Zn			
Uji	Waktu	Konsentrasi Terukur (bpj)*	%KV
Intraday	Pagi	5,08 ± 0,98	1,33
	Siang	5,17 ± 1,2	
	Malam	5,08 ± 1,82	
Interday	Hari ke-1	5,09 ± 1,67	1,72
	Hari ke-2	5,19 ± 1,78	
	Hari ke-3	4,98 ± 1,71	
Larutan <i>Spiked Placebo</i>			
Uji	Waktu	Konsentrasi Terukur (bpj)*	%KV
Intraday	Pagi	4,91 ± 0,94	1,46
	Siang	5,09 ± 1,67	
	Malam	5,15 ± 1,79	
Interday	Hari ke-1	5,09 ± 1,67	1,79
	Hari ke-2	5,04 ± 1,83	
	Hari ke-3	5,06 ± 1,87	

*Hasil yang ditampilkan adalah rata-rata dari 6 replikasi

Penentuan kadar ZnO dilakukan terhadap 12 sampel bedak yang beredar di pasaran. Dimulai dengan preparasi sampel. Penelitian lain menunjukkan penggunaan aqua regia memberikan hasil yang baik (Koedam 2015). Dalam penelitian ini, preparasi sampel menggunakan metode destruksi basah menggunakan HCl yang mudah diperoleh. Hasil dari penentuan ZnO pada sampel bedak ditunjukkan di Tabel 4 yang menunjukkan rentang konsentrasi ZnO sebesar 1,74 – 25,76 %.

Tabel 4. Hasil Uji Konsentrasi ZnO dalam 2 gram Bedak dan Kadar Total ZnO dalam bedak

Sampel Bedak	Kadar Total ZnO dalam Sampel (%) [*]
A	4,350 ± 0,001
B	19,060 ± 0,012
C	2,130 ± 0,000
D	23,003 ± 0,019
E	1,740 ± 0,015
F	2,590 ± 0,021
G	4,460 ± 0,006
H	2,560 ± 0,041
I	25,760 ± 0,042 ^{**}
J	23,106 ± 0,063
K	25,250 ± 0,014 ^{**}
L	2,380 ± 0,091

^{*}Hasil yang ditampilkan adalah rata-rata dari 3 replikasi

^{**}Kadar ZnO dalam sampel melebihi batas yang diperbolehkan

Berdasarkan PerKBPOM Nomor 18 Tahun 2015 konsentrasi maksimum ZnO adalah 25 %, sehingga terdapat 2 dari 12 sampel yang melebihi konsentrasi maksimum ZnO yaitu sampel I dan K. Persyaratan kadar maksimum ZnO yang diperbolehkan harus menjadi perhatian khusus bagi industri kosmetik mengingat banyaknya produk yang menggunakannya dan resiko bahaya terhadap kesehatan yang dapat ditimbulkan akibat batas yang tidak sesuai.

Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat diperoleh kesimpulan bahwa penentuan kadar Zn dalam sampel bedak wajah dapat dilakukan dengan menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom dengan persamaan regresi $y = 0,008805x + 0,00293$ dengan R^2 sebesar 0,9999, LOD dan LOQ sebesar 0,101 dan 0,306 µg/mL, persen perolehan kembali berkisar dari 99,82 – 103,13 % untuk standar dan koefisien variasi 99,34 – 103,6 % untuk spiked placebo, presisi intraday dan interday untuk larutan baku masing-masing 1,33 dan 1,72 dan untuk spiked placebo 1,46 dan 1,79. Berdasarkan hasil pengujian terhadap 12 sampel bedak wajah diperoleh kadar ZnO dalam sampel berkisar antara 1,74 – 25,76 %.

Daftar Pustaka

Australian Pesticides and Veterinary Medicines Authority, 2004. Guidelines for the Validation of Analytical Methods for Active Constituent, Agricultural and Veterinary Chemical Products.

Chung C, Lee YC, Herman L, Xue-Ming Z (Editor), 2004, Analytical Method Validation and Instrument Performance Verification, John Wiley & Sons, New Jersey, 1-320.

Food and Drug Administration, 1999, Sunscreen Drug Product for Over The Counter Human Use, Fed Regist. 64(98):27693.

Ermer JJ, Miller JHM. 2005. Method Validation in Pharmaceutical Analysis : A Guide to Best Practice (Eds). WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim.

Damayanti *et al.*

International Conference on Harmonization (ICH), 2005, Validation of Analytical Procedures : Text and Methodology Q2 (R1).

Koedam, 2015, A Rapid Extraction Method for Atomic Absorption Spectroscopy Analysis of Zinc Oxide in Cosmetics and Skin Care Products, *Spectroscopy*, 30 (2): 1-3.

Kondoh Y, Takano S, 1987, Determination of zinc pyrithione in cosmetic products by high-performance liquid chromatography with pre-labelling, *J Chromatogr*, 6(408): 255-262.

Mat, TNBT, 2015, Development and Validation of Analytical Method for Analysis of Zinc Oxide in BB Cream Using Atomic Absorption Spectroscopy, undergraduate thesis, Bandung Institute of Technology, Bandung.

Pei-Jia L, Shou-Chieh H, Yu Pen C, Lih Ching C, Daniel Yang CS, 2015, Analysis of titanium dioxide

and zinc oxide nanoparticles in cosmetics, *Journal of Food and Drug Analysis*, 23(3): 587-594.

Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor 18 tahun 2015 tentang Persyaratan Teknis Bahan Kosmetika, BPOM RI, Jakarta.

Permenkes RI Nomor:220/Menkes/Per/IX/76 Tentang Produksi dan Peredaran Kosmetika dan Alkes.

Therapeutic Goods Administration (TGA), 2013, Literature review on the safety of titanium dioxide and zinc oxide nanoparticles in sunscreen: Scientific review report, Australian Government, Department of Health and Ageing, 5-7.

William TR, 1996, Analytical Methods for Atomic Absorption Spectroscopy, Perkin Elmer Corp, United State.