General Chemistry Journal,
Vol. 4, No. 3, September 2026

Penentuan Kandungan Logam Timbal Dengan Menggunakan Reagen Pengompleks Dithizone Secara Spektrofotometri Visible Pada Lipstik Yang Beredar Di Pasar Kota Bitung

Mayssi Maria Juliana Rumampuk[a], Emma Julin Pongoh[a], Jeanne Maria Tuerah[b], Vlagia Indira Paat*

[a] *Kimia, FMIPA-K Universitas Negeri Manado, Minahasa, 95618, Indonesia*
[b] *Pendidikan Kimia, FMIPA-K Universitas Negeri Manado, Minahasa, 95618, Indonesia*

INFO ARTIKEL

Diterima : 11 Juni 2026
Disetujui : 25 September 2026
Dipublikasi: 30 September 2026

Key word:
Ditizone
Lead (Pb)
Lipstick
Visible Spectrophotometry

Kata kunci:
Ditizon
Lipstik
Spektrofotometri Visible
Timbal

ABSTRACT

The continuous use of lipstick on the lip mucosa poses a risk of microscopic lead (Pb) ingestion originating from impurities in mineral raw materials. This study aims to quantitatively analyze lead (Pb) in lipstick products circulating in the Bitung Traditional Market using the UV-Vis spectrophotometry method with dithizone (diphenylthiocarbazone) as a complexing agent. Bitung City was selected due to its position as an international port area, making it vulnerable to the penetration of illegal and unregistered (non-BPOM) cosmetics. The results showed that the linearity test over the standard concentration range of 0.2-1.0 ppm yielded a good correlation with the equation y = 0.0450x + 0.0888 and an R^2 value of 0.9844. The precision level of the method was excellent with a %RSD value of 1.78%, meeting the analytical acceptability criterion of ≤2%. The accuracy test showed an average recovery rate of 98.90%, indicating a very low instrument error rate. The analytical sensitivity of this method was demonstrated by an LOD value of 0.1515 ppm and an LOQ value of 0.4590 ppm. Based on the overall evaluation of the validation parameters, the lead analysis method using dithizone reagent via visible spectrophotometry is proven to be accurate, precise, sensitive, and valid for determining Pb metal concentrations in sample matrices.

ABSTRAK

Penggunaan lipstik secara berkelanjutan pada area mukosa bibir berisiko memicu ingesti mikroskopis timbal (Pb) yang berasal dari pengotor (*impurities*) bahan baku mineral. Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis secara kuantitatif logam timbal (Pb) pada produk lipstik yang beredar di Pasar Tradisional Bitung menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis dengan reagen pengkompleks ditizon (*diphenylthiocarbazone*). Kota Bitung dipilih karena posisinya sebagai kawasan pelabuhan internasional yang rentan terhadap penetrasi kosmetik ilegal dan non-BPOM. Hasil penelitian menunjukan bahwa hasil uji linearitas pada rentang konsentrasi standar 0,2 ppm hingga 1,0 ppm menunjukkan korelasi cukup baik dengan γ = 0.0450x + 0.0888 dan nilai R^2 = 0,9844. Tingkat presisi metode dinyatakan sangat baik dengan nilai %RSD = 1,78%, yang memenuhi syarat keberterimaan analitik ≤2%. Uji akurasi menunjukkan rata-rata perolehan kembali (% recovery) sebesar 98,90%, menunjukan bahwa tingkat kesalahan instrumen yang sangat rendah. Sensitivitas analitik dari metode ini dibuktikan dengan perolehan nilai *LOD* = 0,1515 ppm dan nilai *LOQ* = 0,4590 ppm. Berdasarkan evaluasi keseluruhan parameter validasi, metode analisis timbal menggunakan reagen ditizon secara spektrofotometri *visible* ini terbukti akurat, presisi, sensitif, dan valid untuk diaplikasikan dalam penetapan kadar logam Pb pada matriks sampel

rumampukmeyssi@gmail.com

Pendahuluan

Kosmetik merupakan salah satu komoditas perawatan diri yang esensial dan digunakan secara luas oleh berbagai lapisan masyarakat untuk menunjang penampilan estetis, di mana produk pewarna bibir seperti lipstik menjadi produk yang paling sering diaplikasikan dalam aktivitas sehari-hari. Sebagai produk yang bersentuhan langsung dengan area mukosa bibir, lipstik memiliki risiko tinggi mengalami ingesti (tertelan) secara tidak sengaja dalam jumlah mikro yang bersifat akumulatif dalam jangka panjang[(Atika et al., 2022)]. Meskipun regulasi industri kosmetik telah diperketat, isu kontaminasi logam berat berbahaya, khususnya timbal (Pb), tetap menjadi perhatian global di bidang kesehatan masyarakat dan toksikologi lingkungan. Logam timbal umumnya masuk ke dalam sediaan lipstik sebagai pengotor (*impurities*) dari bahan baku utama berupa zat warna mineral, zat pengisi (*filler*), maupun komponen dasar seperti mika, kaolin, dan talk yang tidak murni saat penambangan. Secara biologis, timbal dikatergorikan sebagai logam berat *non-esensial* yang sangat beracun dan tidak memiliki peran dalam tubuh manusia. Bahkan pada kadar sekecil apa pun, paparan senyawa ini dapat menginduksi stres oksidatif, merusak sistem saraf pusat, memicu disfungsi ginjal, serta mengganggu proses biosintesis hemoglobin[(Mandal et al., 2023)].

Analisis kuantitatif kandungan logam berat pada produk kosmetik umumnya bertumpu pada instrumen canggih dengan sensitivitas tinggi. Pemetaan kontaminan logam pada sediaan pemulas bibir lazimnya dilakukan menggunakan metode AAS atau ICP-MS menjadi pilihan utama karena kemampuannya membaca konsentrasi logam hingga skala bagian per miliar (*part per billion*/ppb). Meskipun menawarkan batas deteksi yang sangat rendah, penerapan metode instrumental tersebut di laboratorium lokal berskala kecil atau wilayah sekunder sering kali terkendala oleh tingginya biaya operasional, kerumitan preparasi sampel, serta keterbatasan ketersediaan alat yang mahal. Untuk menjembatani keterbatasan akses alat tersebut, beberapa peneliti terdahulu mencoba mengadaptasi metode spektrofotometri *ultraviolet-visible* (UV-Vis) konvensional dengan memanfaatkan reagen pengompleks spesifik untuk memunculkan warna terukur. Salah satu ligan organik yang paling efektif untuk ekstraksi cair-cair logam berat adalah ditizon (*diphenylthiocarbazone*). Ligan ditizon bebas dikenal memiliki serapan spesifik pada daerah tampak dengan rona warna hijau pekat dalam pelarut kloroform. Ketika gugus donor sulfur dan nitrogen dari ditizon berkoordinasi membentuk khelat dengan ion Pb^{2+} pada fasa pH basa lemah yang optimal, terjadi restrukturisasi awan elektron π konjugasi yang memicu pergeseran batokromik tajam menjadi senyawa kompleks khelat timbal-ditizonat $[Pb(HDz)_2]$ berwarna merah cerah hingga ungu intens yang menyerap secara linear pada panjang gelombang 510–520 nm. Kendati prinsip reaksi pengkelatan ini telah lama diketahui secara teoritis, optimalisasi preparasi sampel sediaan lipstik yang kaya akan matriks hidrofobik kompleks (seperti kombinasi lilin padat, pasta *wax*, minyak, dan pigmen warna) [(Nasir et al., 2024)].

Penerapan integratif metode destruksi basah HNO_3:HCL, 1:3 yang dikombinasikan dengan optimasi kondisi pengkelatan ditizon dalam fasa organik kloroform untuk mengisolasi dan mendeteksi kadar kelumit *Pb* secara spesifik pada matriks lipstik multi-komponen, yang diaplikasikan langsung sebagai studi kasus pengawasan komersial pada produk yang beredar di Pasar Bitung, Sulawesi Utara. Lokasi Pasar Bitung dipilih secara strategis karena posisinya sebagai pelabuhan internasional aktif yang memicu tingginya penetrasi produk kosmetik impor maupun lokal tanpa izin edar resmi ~~(ilegal)~~ yang berisiko tinggi mengandung kontaminan logam berat melampaui ambang batas aman. Melalui validasi metode yang ketat, mencakup parameter linearitas kurva kalkurva kalibrasi, LOD, LOQ, akurasi, serta presisi [(Lilis et al., 2022)].

Berdasarkan penelusuran ilmiah, belum ada data terbaru mengenai kandungan Pb pada produk-produk lipstik yang beredar luas di Pasar Tradisional Bitung. Kota Bitung sebagai kota pelabuhan industri yang padat memiliki karakteristik pasar yang sangat rentan terhadap produk kosmetik impor ilegal, kosmetik tiruan,

maupun produk lokal tanpa izin edar resmi BPOM yang dijual dengan harga murah. Ketiadaan data pemantauan berkala di Pasar Bitung ini menciptakan titik buta (*blind spot*) dalam pengawasan keselamatan konsumen. Berdasarkan masalah tersebut, penelitian ini dilakukan untuk menganalisis kandungan logam timbal pada lipstik yang ada di Kota Bitung menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis dengan ditizon sebagai reagen pengomplek.

Alat Dan Bahan

Alat utama yang dipakai meliputi spektrofotometer visible, timbangan analitik, gelas beaker, beker Teflon, spatula, pipet, labu ukur, erlenmeyer, gelas ukur, aluminium foil, kuvet, tabung reaksi, hot plate, rak tabung reaksi, pH meter, kertas saring

Bahan-bahan kimia yang digunakan berderajat analisis (*pro analysis*/p.a. Merck), meliputi larutan standar induk timbal 1000 ppm, reagen pengompleks ditizon (*diphenylthiocarbazone*), pelarut organik kloroform ($CHCl_3$) asam nitrat (HNO_3), asam klorida (HCl), Aquadest, Sodium hydroxide (NaOH).

Prosedur Kerja

Pengambilan Sampel

Tahapan pengambilan sampel adalah dengan berbagai lipstik yang dijual di Pasar Tradisional Girian, Kota Bitung dengan membeli 3 lipstik berbeda yang tidak memiliki nomor registrasi BPOM dan memiliki warna serta seri yang paling diminati masyarakat.

Preparasi Sampel

Preparasi sampel pada penelitian ini dilakukan dengan metode destruksi basah. Ditimbang 2 gram sampel. dan ditambahkan campuran HCl dan HNO_3 dengan perbandingan 3:1. Lalu sampel dipanaskan di atas *hot plate* hingga sampel larut dan asap coklat hilang. Kemudian disaring dengan kertas saring dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100ml.

Uji Kualitatif

Larutan sampel hasil destruksi ditambah NaOH sampai pH menjadi 9. Setelah itu ditambahkan larutan pengomplek ditizon. Jika terdapat warna merah, berarti sampel lipstik positif mengandung timbal.

Kurva Standar

Kurva kalibrasi dibuat menggunakan lima variasi konsentrasi larutan standar $Pb(NO_3)_2$, yaitu 0,2 ppm; 0,4 ppm; 0,6 ppm; 0,8 ppm; 1 ppm. Kemudian ditambahkan NaOH, ditizon, dan aquades sampai tanda batas. Kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang optimum.

Penentuan Kadar Timbal

Analisis kadar Pb pada lipstik dilakukan dengan mengambil 2 mL larutan sampel yang sudah di destruksi, kemudian ditambahkan 5mL NaOH, ditizon dan aquades sampai tanda batas. Campuran didiamkan selama operating time, kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang optimum. Konsentrasi Pb dalam sampel ditentukan berdasarkan persamaan regresi dari kurva kalibrasi, kemudian digunakan untuk menghitung kadar timbal pada lipstik.

Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi

Penentuan batas deteksi dan batas kuantitasi dilakukan dengan perhitungan yang sesuai dengan rumus berikut:

$$BD = \frac{3 \times S_y}{slope} \quad \textbf{(1)}$$

$$BK = \frac{10 \times {S_y}/{x}}{slope} \quad \textbf{(2)}$$

Uji Akurasi

Uji *recovery* dilakukan dengan mengambil 2 mL larutan standar $Pb(NO_3)_2$, kemudian ditambahkan Lalu ditambah NaOH, ditizon. Larutan didiamkan selama operating time, kemudian absorbansi diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang optimum. Hasil pengukuran digunakan untuk menghitung nilai *recovery*

Uji Presisi

Pengujian RSD dilakukan dengan prosedur yang sama seperti uji akurasi. Setiap konsentrasi larutan standar dibuat dalam tiga 3 pengulangan. Nilai presisi metode dinyatakan dalam bentuk koefisien variasi atau RSD.

Hasil dan Pembahasan

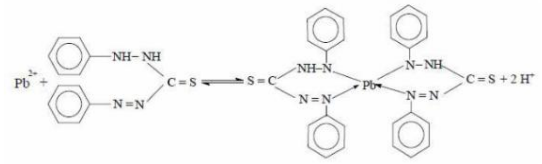
Preparasi Sampel

Penelitian ini dimulai dengan pemilihan dan pengambilan sampel lipstik yang ada di Pasar Kota Bitung. Preparasi sampel menggunakan metode destruksi basah, dimana sampel dihancurkan terlebih dahulu dengan menggunakan HNO_3 pekat 65% lalu

dipanaskan menggunakan hot plate, Tujuan dari destruksi ini untuk memutuskan ikatan logam dengan matrik sampel sehingga dapat dianalisis. Proses destruksi dihentikan ketika diperoleh larutan yang berwarna jernih [(Talitha et al., 2022)].

Identifikasi Kualitatif

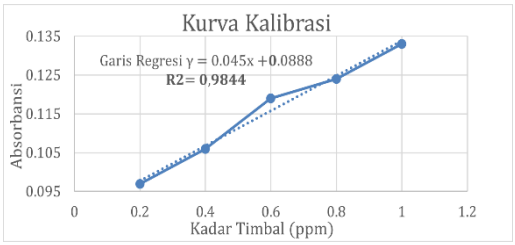
Setelah proses destruksi selesai, dilakukan identifikasi kualitatif keberadaan timbal dengan menggunakan regaen pengompleks ditizon. Dalam uji kualitatif, menunjukkan bahwa sampel lipstik positif mengandung Pb^{2+}. Hal ini dibuktikan setelah larutan sampel yang ditambah larutan pengomplek ditizon pada pH 9. Larutan dikocok dan didiamkan selama 5 menit, dan menghasilkan larutan yang berwarna kemerahan dari senyawa Pb-ditizonat. Dimana ditizon akan bertindak sebagai ligan yang memiliki gugus amina(-NH) sebagai pendonor pasangan elektron, yang akan berikatan secara spesifik dengan ion logam Pb^{2+} membentuk senyawa kompleks timbal-ditizonat[(Sakanthi et al., 2024)] seperti yang ada pada gambar 1



Gambar 1. Kompleks Pb-ditizonat

Kurva Kalibrasi

Berdasarkan hasil linearitas kurva kalibrasi yang telah dilakukan, diperoleh nilai koefisien determinasi R^2sebesar 0,9844. Di dalam kimia analitik instrumen, nilai R^2di atas 0,9844 umumnya sudah dikategorikan Cukup Baik untuk membuktikan adanya hubungan linearitas antara konsentrasi analit dan absorbansi berdasarkan Hukum Beer-Lambert. Namun, untuk pengujian kuantitatif regulasi yang ideal, nilai R^2 diharapkan mencapai ambang batas$\geq 0{,}995$. Nilai $R^2 = 0{,}9844$ mengindikasikan bahwa sekitar 98,44% variasi nilai absorbansi dipengaruhi secara linear oleh konsentrasi timbal, sedangkan sisa 1,56% variabilitasnya dipengaruhi oleh faktor-faktor galat eksperimental (*experimental errors*) yang terjadi selama proses analisis di laboratorium [(Rahmiati et al., 2023)].



Gambar 2. Kurva Kalibrasi

Jika nilai pada gambar 2 dibandingkan dengan regulasi mutakhir dari Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia (BPOM RI) Nomor 12 Tahun 2020 bahwa batas maksimum kandungan timbal (Pb) yang diizinkan di dalam produk kosmetik dekoratif seperti lipstik adalah sebesar 20 mg/kg yang setara dengan 20 ppm (*part per million*).

Kadar Timbal

Jika dibandingkan data hasil uji pada ketiga sampel seperti yang ada pada tabel 1. Maka seluruh sampel yang di uji dari Pasar Bitung tersebut secara legal dikategorikan Memenuhi Syarat (MS) karena kadarnya berada jauh di bawah ambang batas aman yang ditetapkan.

Tabel 1. Hasil uji kadar timbal

Sampel	Absorbansi	Kadar
Maybeline	0,3940	6,782
Dreamy Beauty	0,3998	6,911
Revlon	0,3324	5,4133

LOD dan LOQ

Jika nilai batas deteksi pada tabel 2 dibandingkan dengan regulasi mutakhir dari Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia (BPOM RI) Nomor 12 Tahun 2020, nilai LOD 0,1515 ppm ini dinyatakan sangat memenuhi syarat relevansi analitis. BPOM RI yang menetapkan bahwa batas maksimum cemaran logam berat timbal di dalam kosmetika adalah sebesar 20 ppm.

Tabel 2. Data hasil akurasi

Konsentrasi	Absorbansi	Rata-rata
0,2	0.097	91,11%
0,4	0,106	96,56%

Fakta bahwa nilai LOD berada jauh di bawah batas legal tersebut ($0{,}1515\ ppm \ll 20\ ppm$) memberikan jaminan ilmiah bahwa metode ditizon ini memiliki indeks keselamatan analitis yang tinggi, karena mampu mendeteksi potensi kontaminasi timbal jauh sebelum kadarnya mendekati ambang batas berbahaya

yang dilarang.

Berdasarkan hasil yang telah dilakukandan memiliki data sesuai pada tabel 3, diperoleh nilai *recovery* yang sangat tinggi dan ideal, yaitu sebesar 98,90%. Menurut regulasi AOAC (*Association of Official Analytical Chemists*) serta pedoman validasi internasional untuk analisis kadar zat sekelumit (*trace element*) di dalam matriks kosmetik, rentang perolehan kembali yang dapat diterima dan dinyatakan valid adalah sebesar 98% hingga 102%. Pencapaian angka 98,90% secara legal-saintifik dikategorikan Sangat Baik dan memenuhi syarat mutu analitis. Nilai ini memberikan jaminan matematis bahwa metode spektrofotometri ditizon yang digunakan memiliki bias sistematis yang sangat minimal dan mampu mendeteksi jumlah nyata timbal secara presisi [(Lilis et al., 2022)].

Tabel 3. Data hasil akurasi

Konsentrasi	Absorbansi	Rata-rata
0,2	0.097	91,11%
0,4	0,106	96,56%
0,6	0,119	110,85%
0,8	0,124	97,78%
1	0,133	98,22%

Berdasarkan hasil analisis laboratorium yang telah dilakukan terhadap sampel lipstik, diperoleh nilai koefisien variasi atau RSD yang sangat baik, yaitu sebesar 1,78%. Dalam regulasi validasi metode analisis internasional maupun nasional, batas toleransi maksimum nilai RSD untuk penenutan kadar analit pada level sekelumit (*trace element*) di dalam matriks yang kompleks umumnya ditetapkan kurang dari 2% atau kurang dari angka toleransi fisis berdasarkan persamaan Horwitz. Data yang menghasilkan nilai RSD 1,78% secara legal saintifik dinyatakan Memenuhi Syarat (MS) karena berada di bawah ambang batas kritis tersebut < 2% Angka ini membuktikan bahwa metode spektrofotometri *Visible* menggunakan reagen pengompleks ditizon memiliki tingkat keterulangan yang sangat tinggi[(Nasir et al., 2024)].

Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian, metode spektrofotometri UV-VIS menggunakan reagen pengompleks ditizon dinyatakan valid untuk analisis kandungan timbal (Pb). Hal ini ditunjukan dengan parameter yang memenuhi syarat penerimaan.

Ucapan terima kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Universitas Negeri Manado, khususnya Program Studi Kimia, atas dukungan fasilitas penelitian yang telah diberikan. Penghargaan secara khusus ditujukan kepada Laboratorium Kimia beserta staf laboran yang telah memfasilitasi penggunaan instrumen spektrofotometer *visible* untuk kelancaran tahapan penelitian ini. Terakhir, ucapan terima kasih turut disampaikan kepada Emma J. Pongoh dan Vlagia I. Paat selaku dosen pembimbing yang telah membimbing dan memberi arahan, bantuan, serta dukungan pada proses penelitian ini.

Daftar Pustaka

Atika, M. N., Rahmah, S. P., & Fitriyani, F. (2022). Analisis Risiko Kesehatan Masyarakat Akibat Pajanan Logam Timbal (Pb) Pada Penggunaan Kosmetik Lipstik Yang Diperjualbelikan Di Pasar Bandar Buat Kota Padang. *Jurnal Keselamatan Kesehatan Kerja Dan Lingkungan*, *3*(1), 17–21. https://doi.org/10.25077/jk3l.3.1.17-21.2022

Lilis, T., Penti, W., & Diana, S. Z. (2022). Validasi Metode Analisis Logam Timbal (Pb) Dalam Rumput Laut Menggunakan Metode Spektrofotometri UV-Vis. *Jurnal Kesehatan Bakti Tunas Husada : Jurnal Ilmu Ilmu Keperawatan, Analis Kesehatan Dan Farmasi*, *22*, 23–28.

Mandal, G. C., Mandal, A., & Chakraborty, A. (2023). The toxic effect of lead on human health. *Human Biology and Public Health*, *3*. https://doi.org/10.52905/hbph2022.3.45

Nasir, M., Khaldun, I., & Mauliana, U. (2024). Analysis of Lead Content in Lipsticks Sold in Banda Aceh Using Spectrophotometry. *Chimica Didactica Acta*, *12*(2), 124–129. https://doi.org/10.24815/jcd.v12i2.32535

Rahmiati, S., Handayani, A. V., Sabrina, N., Mulyono, & Okti, H. (2023). Analisis Kandungan Logam Dalam Lipstik Melalui

Spektrofotometri UV-Vis. *Analit: Analytical And Environmental Chemistry*, *8*(2), 1–9. https://doi.org/https://doi.org/10.23960/aec.v8i2.2023.p98-107

Sakanthi, A. P., Aziz, S., Nabila, S., Ulya, A., & Auli, W. N. (2024). Indonesian Journal of Chemical Science Analysis of Lead (Pb) Contamination in Lipstick and Eye Shadow Powder Circulating in the King Street Market in Bandar Lampung Using UV-Visible Spectrophotometer Method Info Artikel Abstrak. *J. Chem. Sci*, *13*(3), 8508112. http://journal.unnes.ac.id/sju/index.php/ijcs

Talitha, R. F., Ayu, P., & Lully Hanni, E. (2022). Perbandingan Destruksi Basah Dan Kering Dengan Variasi Zat Pengoksidasi Pada Analisis Timbal Dalam Rambut Petugas Operator Spbu Secara Aas. *Analis Kesehatan Sains*, *10*(2). https://doi.org/10.36568/anakes.v10i2.25