

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **A. Deskripsi Metode Pendekatan Kajian Artikel**

Metode dalam pengumpulan data untuk kajian artikel ini dilakukan dengan studi literatur. Studi literatur dilakukan dengan menganalisis artikel dan jurnal ilmiah yang dipublikasikan baik nasional maupun internasional dalam 10 tahun terakhir, yaitu 2011-2021 tentang kadar asam salisilat dalam sediaan kosmetik. Kajian artikel adalah sebuah strategi untuk mempermudah dalam memahami inti dari penelitian yang telah dilakukan secara sistematis dan kuantitatif untuk memperoleh kesimpulan yang akurat.

Langkah-langkah yang dilakukan dalam mencari kajian artikel, antara lain :

1. Mencari kajian artikel terkait Analisis Kadar Asam Salisilat dalam Berbagai Sediaan Kosmetik dengan Menggunakan Metode Spektrofotometri UV-Vis dan KCKT, pencarian jurnal dilakukan di situs *Google*, *Google Scholar*, dan SINTA RISTEDIKTI.
2. Melakukan dentifikasi jurnal penelitian dengan menggunakan SINTA RISTEDIKTI untuk jurnal nasional dengan mempertimbangkan H- indeks, SINTA *score* dan *Import Factor*, sedangkan *Scimago Journal* untuk jurnal internasional.
3. Melakukan perbandingan dari kelima jurnal penelitian

4. Menarik kesimpulan dari hasil perbandingan jurnal penelitian yang disesuaikan dengan tujuan penelitian dan jenis jurnal.

## B. Informasi Jumlah dan Jenis Artikel

Adapun jumlah artikel yang akan digunakan sebanyak lima artikel, terdiri dari 1 jurnal internasional dan 4 jurnal nasional. Jenis artikel yang digunakan antara lain 1 artikel nasional yang terakreditasi SINTA, 3 artikel nasional pendukung dan 1 artikel internasional. Artikel yang digunakan termasuk dalam jenis deskripsi analitik.

Tabel 3.1 Informasi dan Jenis Jurnal

No	Penulis	H-index	Import Faktor	Quartil	SJR	SINTA Score	ISSN
1	Fatmawati & Herlina, 2017	7	0,51	-	-	S2	2502-4787
2	Hadisoebroto & Budiman, 2019	-	-	-	-	-	2655-0938 2655-1322
3	Nofita <i>et al.</i> , 2018	-	-	-	-	-	-
4	Feladita <i>et al.</i> , 2019	-	-	-	-	-	-
5	Shams <i>et al.</i> , 2016	-	-	-	-	-	-

## C. Isi Artikel

### 1. Artikel Pertama

Judul Artikel : Validasi Metode Dan Penentuan Kadar Asam Salisilat Bedak Tabur Dari Pasar Majalaya

Penulis Artikel : Fenti Fatmawati dan Lina Herlina

Penerbit : Program Studi Pendidikan Kimia, Fakultas Keguruan dan Ilmu Pendidikan, Universitas

Sultan Agung Tirtayasa

Volume & Halaman : Volume 2 No. 2, halaman 141-145

Tahun Terbit : 2017

#### Isi Artikel

Tujuan Penelitian : Untuk melakukan validasi metode dan menentukan kadar asam salisilat dalam sediaan kosmetika bedak tabur berlabel dan non label menggunakan metode spektrofotometri Uv.

Metode Penelitian :

Jenis Penelitian : Deskripsi Analitik

Populasi dan Sampel : Populasi kosmetik bedak tabur yang beredar di daerah Majalaya, Kabupaten Bandung. Enam sampel kosmetik bedak tabur dianalisis mengandung asam salisilat

Instrumen : Spektrotometer UV-Visibel, labu ukur, neraca analitik, plat tetes, *beakker glass*, aluminium foil, pipet, stopwatch, pipet volume, kertas saring, oven, bejana tertutup, kuvet, tabung reaksi.

Metode Analisis :

1. Analisis kualitatif dengan  $\text{FeCl}_3$

2. Analisis kuantitatif dengan Spektrofotometri UV-Vis, dengan prosedur :

pembuatan larutan standar 100 bpj, penentuan panjang gelombang maksimum, persiapan kurva kalibrasi, pembuatan bedak tabur simulasi, preparasi sampel, dan penetapan kadar.

- Validasi Metode, yang terdiri dari penentuan batas deteksi (LOD), batas kuantitasi (LOQ), linieritas, akurasi, dan presisi.

Hasil Penelitian :

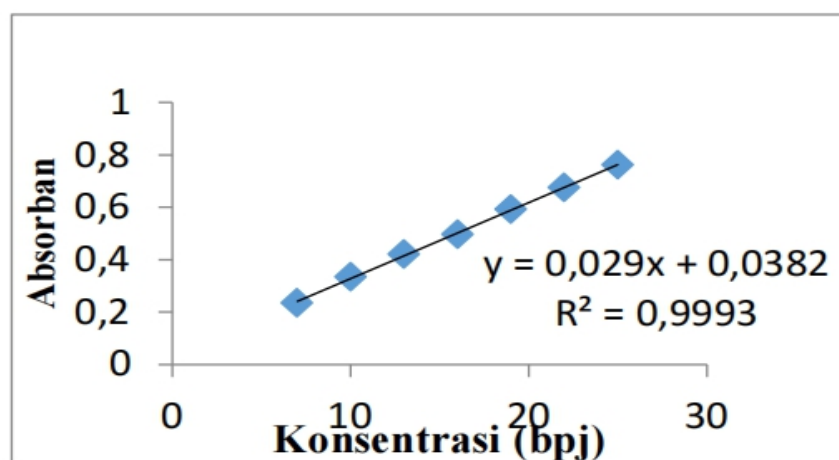
Dilakukan uji kualitatif dengan pereaksi warna menggunakan  $\text{FeCl}_3$ , sampel menghasilkan warna ungu sehingga menunjukkan hasil positif.

Tabel 3.2 Hasil Uji Kualitatif

Sampel Berlabel		Sampel Tanpa Label	
Sampel	Hasil	Sampel	Hasil
1	Positif (ungu)	1	Positif (ungu)
2	Positif (ungu)	2	Positif (ungu)
3	Positif (ungu)	3	Positif (ungu)

(Fatmawati & Herlina, 2017)

Berdasarkan hasil pengukuran panjang gelombang maksimum asam salisilat diperoleh panjang gelombang 302 nm dengan konsentrasi 10 bpj dalam pelarut metanol.



Gambar 3.1 Kurva Kalibrasi Asam Salisilat (Fatmawati & Herlina, 2017)

Diperoleh persamaan regresi  $y=0,029x +0,038$ , nilai  $r=0,99$  menunjukkan bahwa nilai koefisien korelasi lebih besar dari 0,99 atau mendekati 1 sehingga kurva kalibrasi asam salisilat memberikan nilai linearitas yang baik dan penetapan kadar dengan kurva kalibrasi terjamin kebenarannya. Dari hasil batas deteksi dan batas kuantitasi adalah 0,56  $\mu\text{g/mL}$  dan 1,85  $\mu\text{g/mL}$ .

Nilai % *recovery* rata-rata untuk masing-masing konsentrasi adalah 96,71%, 91,28% dan 92,89%. Pengukuran untuk nilai presisi dilihat dari presentase koefisien variasi. Diperoleh data KV pengerjaan dalam hari (*intraday*) yaitu 0,25 pada waktu pagi; 0,27 pada waktu sore hari. Kemudian data KV pengerjaan antar hari (*interday*) yaitu 0,25 untuk hari pertama; 0,33 untuk hari kedua dan 0,26 untuk hari ketiga. Kriteria penerimaan koefisien variasi untuk presisi yaitu kurang dari 2%.

Tabel 3.3 Hasil Uji Presisi

Sampel Simulasi	Presisi		
	<i>Intraday</i>		
100%	KV pagi 0,25	KV siang 0,27	KV sore 0,28
	<i>Interday</i>		
	KV hari ke-1 0,25	KV hari ke-2 0,33	KV hari ke-3 0,26

(Fatmawati & Herlina, 2017)

Pengukuran kadar asam salisilat pada bedak tabur yang berlabel diperoleh 1,66%, 0,50%, dan 0,19%, sedangkan pada bedak tabur non label diperoleh 0,5%, 0,19% dan 0,09%.

Tabel 3.4 Hasil Penentuan Kadar

Sampel yang Berlabel	
Sampel Bedak	% Kadar

A	1,66
B	0,50
C	0,19
Sampel Tanpa Label	
Sampel Bedak	% Kadar
A	0,15
B	0,19
C	0,09

(Fatmawati & Herlina, 2017)

Kesimpulan :

Sampel kosmetik bedak tabur yang terdiri dari tiga sampel bedak tabur yang berlabel diperoleh 1,66%, 0,50% dan 0,19%, sedangkan, pada tiga sampel bedak tabur yang dijual yang non label diperoleh 0,15%, 0,19% dan 0,09%, sehingga tidak ada yang melebihi batas yang telah ditentukan.

## 2. Artikel Kedua

Judul Artikel : Penetapan Kadar Asam Salisilat Pada Krim Anti Jerawat Yang Beredar Di Kota Bandung Dengan Metode Spektrofotometri Ultra Violet

Penulis Artikel : Ginayati Hadisoebroto dan Senadi Budiman

Nama Jurnal : Jurnal Kartika Kimia

Penerbit : Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Informatika, Universitas Jenderal Achmad Yani

Volume & Halaman : Volume 2 No. 1, halaman 51-56

Tahun Terbit : 2019

### Isi Artikel

Tujuan Penelitian : Untuk mengetahui kadar asam salisilat pada krim anti jerawat yang beredar di pasar tradisional, swalayan, dan *skin care* Kota Bandung, dan membandingkan kadar asam salisilat dalam sampel dengan batas kandungan asam salisilat maksimum yang ditentukan oleh Balai Besar Pengawas Obat dan Makanan (BPOM) yaitu  $< 2\%$ .

### Metode Penelitian

Jenis Penelitian : Deskripsi Analitik

Populasi dan Sampel : Populasi produk krim anti jerawat yang beredar di pasar tradisional, swalayan dan *skin care* di Kota Bandung yaitu pasar Ujung Berung, Pasar Andir, Pasar Sukajadi, Yogya Grand Kepatihan, *Skin Care X*, *Skin Care Y* dan *Beauty Seeker*. Sampel produk krim anti jerawat G,C,B,R,I, *Skin care X* dan *Skin care Y*.

Instrumen : Spektrotometer Uv, labu ukur, neraca analitik, plat tetes, *beakker glass*, aluminium foil, pipet, stopwatch, pipet volume, kertas saring, oven, bejana tertutup, kuvet, tabung reaksi.

Metode Analisis :

1. Analisis kualitatif dengan  $\text{FeCl}_3$
2. Analisis kualitatif dengan Kromatografi Lapis Tipis
3. Analisis kuantitatif dengan Spektrofotometri Uv, dengan prosedur :  
preparasi sampel, larutan standar asam salisilat,
4. Validasi Metode, yang terdiri dari linieritas, akurasi, presisi, LOD dan LOQ.

Hasil Penelitian :

Pada uji kualitatif dengan menggunakan uji warna, sampel positif memberikan perubahan warna ungu setelah ditetesi  $\text{FeCl}_3$ . Pada sampel *skin care X* dan *skin care Y* tidak terjadi perubahan warna ketika ditambahkan dengan  $\text{FeCl}_3$ . Hal ini menunjukkan sampel tidak mengandung asam salisilat.

Tabel 3.5 Identifikasi Uji Warna Sampel Krim

Sampel	Reaksi
G	+
C	+
B	+
R	+
I	+
<i>Skin care X</i>	-
<i>Skin care Y</i>	-

(Hadisoebroto & Budiman, 2019)

Selanjutnya dilakukan uji kualitatif dengan menggunakan KLT. Dari hasil analisis, diperoleh bahwa nilai RF sampel G, C, B, R dan memiliki Rf yang saling berdekatan dengan standar asam salisilat, sedangkan, sampel *skin care X* dan *skin care Y* memiliki nilai Rf tidak saling berdekatan.

Tabel 3.6 dentifikasi Sampel dengan KLT

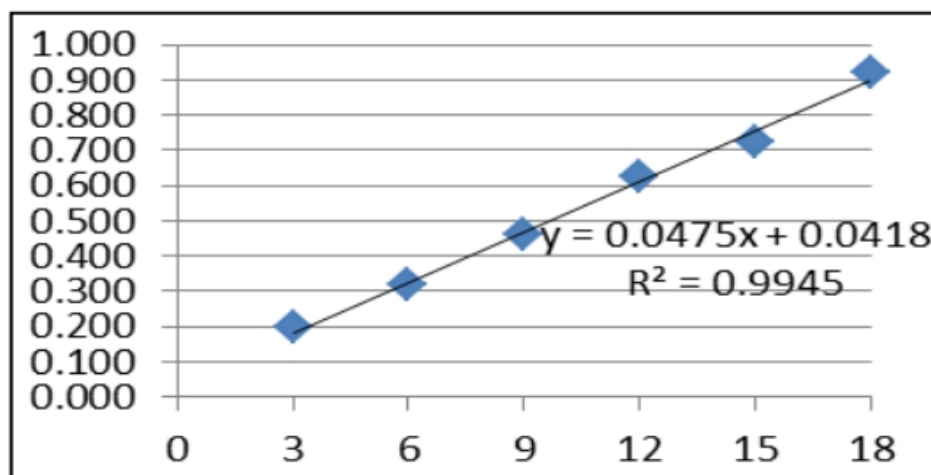


Sampel	Tinggi Bercak (cm)	Rf (cm)
Asam salisilat	3,20	0,47
G	3,70	0,52
C	3,50	0,50
B	3,10	0,44
R	3,50	0,50
I	3,40	0,48
<i>Skin care X</i>	5,10	0,72
<i>Skin care Y</i>	4,41	0,63

(Hadisoebroto & Budiman, 2019)

Dua senyawa dikatakan identik jika mempunyai nilai Rf yang sama diukur pada kondisi KLT yang sama. Hal ini menunjukkan bahwa kedua sampel tidak mengandung asam salisilat.

Pada pengukuran linieritas, diperoleh persamaan garis linier yaitu  $y=0,0475x+0,0418$ , nilai  $r^2= 0,99$ . Hal ini menunjukkan bahwa kurva yang diperoleh adalah linier.



Gambar 3.2 Kurva Linieritas Konsentrasi terhadap Absorbansi (Hadisoebroto & Budiman, 2019)

Akurasi dikatakan baik jika *recovery* berada dalam rentang 90-110%.

Konsentrasi (ppm)	Perolehan Kembali (%)
3	106,80

3	105,40
3	104,70
9	93,61
9	94,78
9	95,01
15	99,53
15	99,67
15	99,95

(Hadisoebroto & Budiman, 2019)

Nilai % perolehan kadar diperoleh sebesar 93,61-106,81%, telah memenuhi batas penerimaan % perolehan kadar yaitu 90-110%. Hal ini menunjukkan bahwa metode yang digunakan telah memenuhi syarat akurasi dengan memiliki nilai ketepatan dan ketelitian yang baik.

Hasil pengukuran presisi adalah KV telah memenuhi syarat nilai keseksamaan yang diterima yaitu kurang dari 2% sehingga metode tersebut memiliki nilai keterulangan yang baik.

Tabel 3.8 Pengukuran Parameter Presisi

Konsentrasi (ppm)	Kadar (ppm)
15	14,90
15	14,93
15	14,95
15	14,93
15	14,99
15	14,97
Rata-rata	14,94
SD	0,03
KV	0,20

(Hadisoebroto & Budiman, 2019)

Pada batas deteksi dan batas kuantitasi, diperoleh hasil perhitungan yaitu 0,63 dan 2,10.

Tabel 3.9 Kadar Asam Salisilat Krim Anti Jerawat

Sampel	Konsentrasi Sampel	Kadar Asam Salisilat dalam Sampel (%)
G	9,302	2,32

C	6,173	1,54
B	3,197	0,79
R	3,387	0,84
I	3,260	0,81

(Hadisoebroto & Budiman, 2019)

Kadar asam salisilat pada sampel berada pada rentang antara 0,79-2,32%. Sampel C, B, R dan memenuhi persyaratan yang telah ditetapkan BPOM, sedangkan pada sampel G tidak memenuhi persyaratan yang telah ditetapkan karena kadarnya lebih dari 2%.

Kesimpulan :

Kadar asam salisilat dalam krim anti jerawat krim G=2,33 %, C=1,54%, B=0,71%, R=0,85% dan=0,82%, sedangkan krim G tidak memenuhi persyaratan yang telah ditetapkan oleh BPOM karena kadarnya lebih dari 2%

### 3. Artikel Ketiga

- Judul Artikel : Penetapan Kadar Asam Salisilat Pada Pembersih Wajah (*Facial Foam*) Yang Di Jual Di Pasar Tengah Bandar Lampung Dengan Spektrofotometri UV-Visibel
- Penulis Artikel : Nofita, Gusti Ayu Rai Saputri, dan Atika Septiani
- Penerbit : Program Studi Analisis Farmasi dan Makanan, Universitas Malahayati
- Volume & Halaman : Volume 3. No 1, halaman 33-41
- Tahun Terbit : 2018

## Isi Artikel

Tujuan Penelitian : Untuk mengetahui kadar asam salisilat pada pembersih wajah (*facial foam*) dan membandingkan kadar asam salisilat maksimal ditentukan oleh Peraturan Kepala BPOM RI No HK.00.05.42.1018 Tahun 2010.

Metode Penelitian :

Jenis Penelitian : Deskripsi Analitik

Populasi dan Sampel : Populasi pada sampel pembersih wajah (*facial foam*) yang dijual di Pasar Tengah Bandar Lampung. Sampel diambil 5 merk dagang yang berbeda dari beberapa penjual kaki lima di Pasar Tengah Bandar Lampung.

Instrumen : Spektrofotometer UV-Visibel, labu ukur, neraca analitik, *beakker glass*, aluminium foil, pipet, stopwatch, pipet volume, kuvet, tabung reaksi.

Metode Analisis :

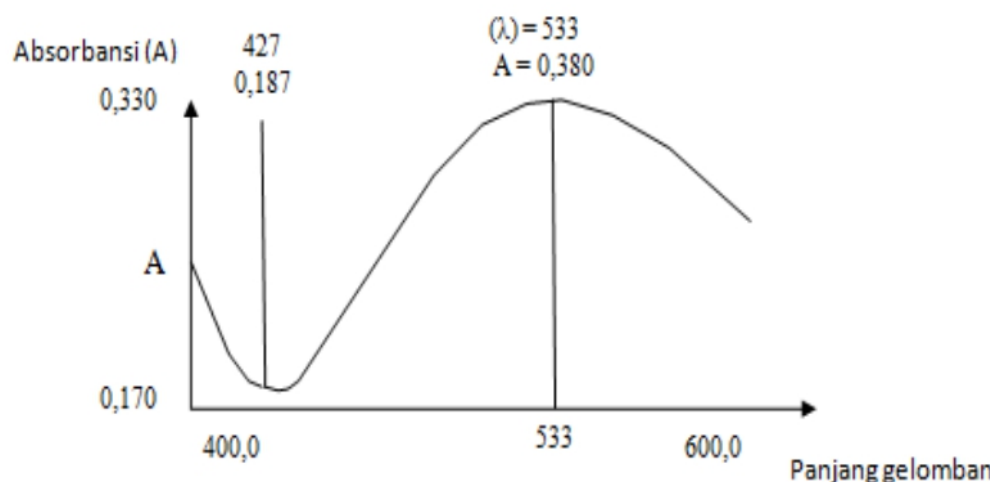
1. Analisis kuantitatif dengan Spektrofotometri UV-Vis, dengan prosedur : pembuatan larutan stok, penentuan *operating time*, persiapan blangko,

penentuan panjang gelombang maksimum, pembuatan kurva kalibrasi larutan asam salisilat, preparasi sampel dan penetapan kadar sampel.

2. Validasi metode, yang hanya terdiri dari penentuan linieritas.

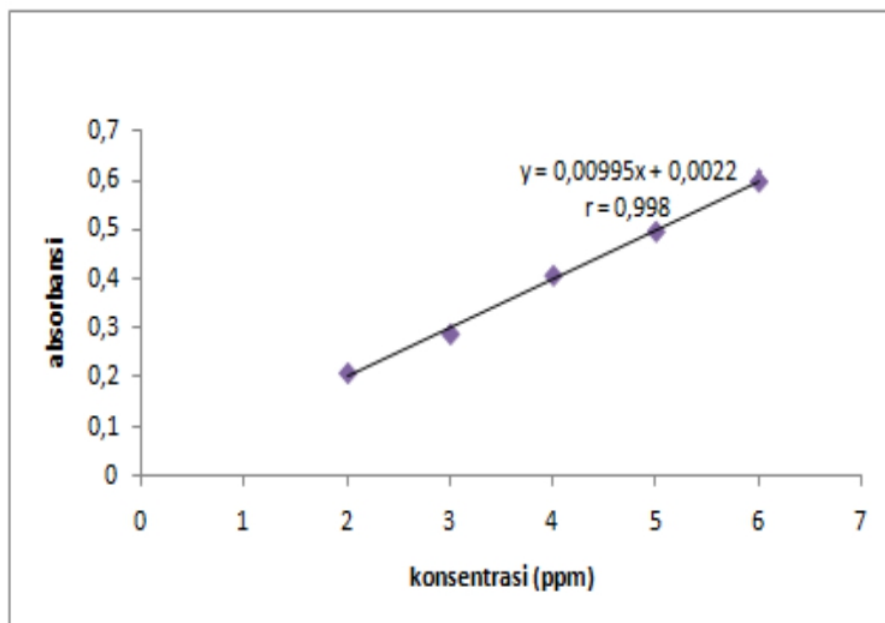
Hasil Penelitian :

Pada pengukuran *operating time* didapatkan kestabilan asam salisilat pada menit ke 30 dengan absorbansi 0,37, dikarenakan pada menit tersebut absorbansi tidak berubah lagi sehingga diperoleh kestabilan. Pada pengukuran gelombang larutan asam salisilat memberikan serapan tertinggi pada panjang gelombang 533 nm dengan absorbansi 0,38.



Gambar 3.3 Kurva Panjang Gelombang Maksimum Asam Salisilat (Nofita *et al.*, 2018)

Kurva kalibrasi dapat terbentuk dengan menggunakan larutan standar yang telah dibuat pengenceran dengan konsentrasi 20 ppm, 30 ppm, 40 ppm, 50 ppm dan 60 ppm pada panjang gelombang 533 nm.



Gambar 3.4 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Asam Salisilat (Nofita *et al.*, 2018)

Berdasarkan pengukuran larutan seri konsentrasi didapatkan kurva kalibrasi dengan persamaan regresi  $y = 0,00995x + 0,0022$ ,  $r = 0,99$  (99%). Hal ini menunjukkan bahwa dengan nilai  $r$  yang mendekati 1, hubungan linier antara  $X$  (konsentrasi asam salisilat) dan  $Y$  (absorban standar asam salisilat) sangat kuat dan terbentuk grafik yang linier.

Penetapan kadar asam salisilat menunjukkan sampel A, B, C, D dan E mendapat kadar rata-rata 2,1%; 1,42%; 0,63%; 0,85%, dan 0,28%.

Tabel 3.10 Data Hasil Konsentrasi Asam Salisilat Pada Sampel

Sam pel	Rep	Absorban	Konsentrasi (%)	Konsen trasi $\pm$ SD (%)	Standar	Kesim pulan
A	1	0,36	2,7	2,1	Peraturan Kepala BPOM RI	TMS
	2	0,35	2,19			
	3	0,31	1,94			
B	1	0,22	1,41	0,85%	Tahun 2010 yaitu	MS
	2	0,21	1,32			

	3	0,24	1,42		tidak lebih	
C	1	0,10	0,62	0,63	dari 2%	MS
	2	0,10	0,67			
	3	0,10	0,62			
D	1	0,14	0,89	0,85		MS
	2	0,13	0,82			
	3	0,13	0,84			
E	1	0,04	0,29	0,28		MS
	2	0,05	0,3			
	3	0,04	0,26			

(Nofita et al., 2018)

Dari seluruh sampel memenuhi persyaratan Peraturan Kepala BPOM No. HK.00.05.42.1018 tahun 2010, kecuali sampel A karena kadar asam salisilat lebih dari 2%.

Kesimpulan :

Dari semua sampel *facial foam* kadar yang didapat dari hasil penelitian yaitu sampel A sampai E kadar rata-ratanya adalah 2,1%; 1,42%; 0,63%; 0,85%, dan 0,28%, sehingga semua sampel memenuhi persyaratan peraturan Kepala BPOM RI No.HK.00.05.42.1018 Tahun 2010, kecuali sampel A karena kadar asam salisilat lebih dari 2%.

#### 4. Artikel Keempat

Judul Artikel : Penetapan Kadar Asam Salisilat Pada Krim Wajah Anti Jerawat Yang Dijual Bebas Di Daerah Kemiling Menggunakan Metode Spektrofotometri UV-Vis

Penulis Artikel : Niken Feladita, Agustina Retnaningsih, dan Puji Susanto

Penerbit : Akademi Analis Farmasi dan Makanan Putra  
Indonesia Lampung

Volume & Halaman : Volume 4, No. 2, halaman 101-107

Tahun Terbit : 2019

#### Isi Artikel

Tujuan Penelitian : Untuk mengetahui kadar asam salisilat pada krim anti jerawat.

#### Metode Penelitian

Jenis Penelitian : Deskripsi Analitik

Populasi dan Sampel : Populasi penelitiannya adalah pada sampel krim anti jerawat bermerk yang dijual bebas di pasaran daerah Kemiling Bandar Lampung. Sampel diambil dari 3 merk krim yang berbeda dari beberapa penjual bebas di daerah Kemiling Bandung Lampung

Instrumen : Spektrofotometer UV-Vis, labu ukur, neraca analitik, *beakker glass*, pipet, stopwatch, pipet volume, kuvet, tabung reaksi. Bahan lainnya adalah  $\text{FeCl}_3$  1%, HCl 1% metanol, aquadest.

Metode Analisis :

1. Analisis kuantitatif dengan Spektrofotometri UV-Vis, dengan prosedur : pembuatan larutan stok 400 ppm, penentuan *operating time*, pembuatan



blanko, penentuan panjang gelombang maksimum, pembuatan kurva kalibrasi larutan asam salisilat, preparasi sampel dan penetapan kadar sampel.

2. Validasi metode, yang hanya terdiri dari penentuan linieritas.

Hasil Penelitian :

Pada uji kualitatif menggunakan peraksi warna, sampel A, B dan C setelah ditambah pereaksi  $\text{FeCl}_3$  menjadi larutan ungu yang berarti positif mengandung asam salisilat yang tercantum dalam tabel 3.11.

Tabel 3.11 Data Hasil Identifikasi Sampel secara Reaksi Warna

Sampel Pereaksi	Hasil Pengamatan	Standar	Keterangan
A+ $\text{FeCl}_3$	Larutan ungu	FI Depkes RI	Positif
B+ $\text{FeCl}_3$	Larutan ungu	1995 terbentuk	Positif
C+ $\text{FeCl}_3$	Larutan ungu	ungu	Positif

Kontrol positif : asam salisilat yang dilarutkan +  $\text{FeCl}_3$  Lp terbentuk larutan ungu (Feladita et al., 2019)

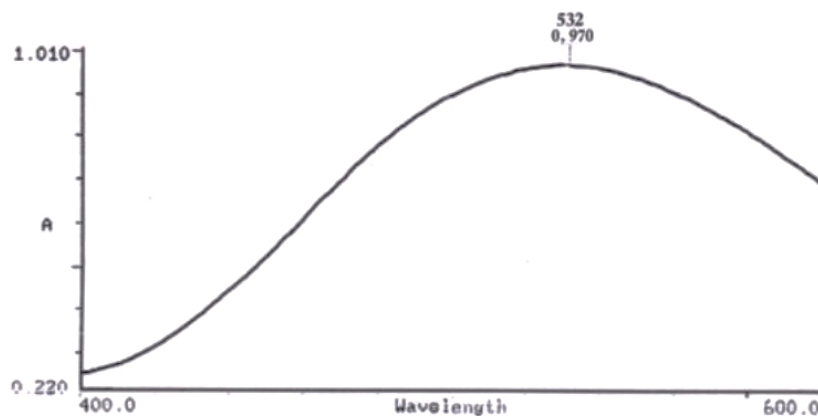
Pada pengukuran *operating time* didapatkan kestabilan asam salisilat pada menit ke 20 dengan absorbansi 0,30 dikarenakan pada menit tersebut absorbansi tidak berubah lagi sehingga diperoleh kestabilan.

Tabel 3.12 Data Hasil *Operating Time*

Menit Ke	Absorbansi	Menit Ke	Absorbansi
1	0,30	11	0,30
2	0,30	12	0,30
3	0,30	13	0,30
4	0,30	14	0,30
5	0,30	15	0,30
6	0,30	16	0,30
7	0,30	17	0,30
8	0,30	18	0,30
9	0,30	19	0,30
10	0,30	20	0,30

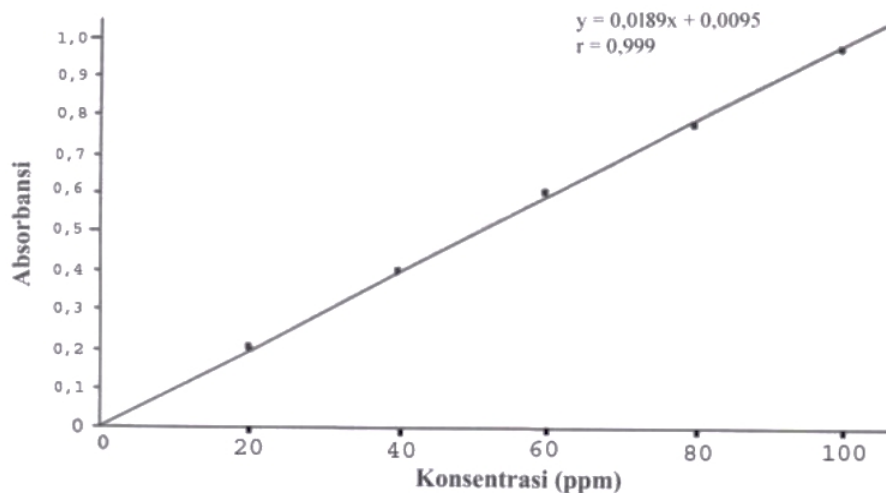
(Feladita et al., 2019)

Pada pengukuran panjang gelombang, larutan standar asam salisilat, memberikan serapan tertinggi pada panjang gelombang 532 nm dengan absorbansi 0,97.



Gambar 3.5 Kurva Panjang Gelombang Maksimum Asam Salisilat (Feladita *et al.*, 2019)

Berdasarkan pengukuran larutan seri konsentrasi didapatkan persamaan  $y=0,0095x +0,0189$ , nilai  $r=0,99$  (99,9%).



Gambar 3.6 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Asam Salisilat (Feladita *et al.*, 2019)

Berdasarkan pengukuran larutan seri konsentrasi didapatkan hasil

kurva kalibrasi dengan persamaan  $y=0,0095x+0,0189$ , dengan nilai  $r=0,999$ .

Pada penetapan kadar asam salisilat menunjukkan kadar rata-rata sampel A=0,05 %, sampel B=0,05% dan sampel C=0,04%.

Tabel 3.13 Data Hasil Konsentrasi Asam Salisilat Pada Sampel

Sampel	Replikasi	Absorban	Kadar (%)	Kadar Rata-rata(%)	Kesimpulan
A	1	0,44	0,05	0,05 ± 0	MS
	2	0,44	0,05		
	3	0,44	0,05		
B	1	0,46	0,05	0,05 ± 0	MS
	2	0,47	0,05		
	3	0,47	0,05		
C	1	0,35	0,04	0,05 ± 0	MS
	2	0,34	0,04		
	3	0,34	0,04		

(Feladita et al., 2019)

Dari seluruh sampel krim anti jerawat memenuhi persyaratan Peraturan Kepala BPOM No. HK.00.05.42.1018 tahun 2010 yaitu tidak boleh lebih dari 2%.

Kesimpulan :

Dari semua sampel krim anti jerawat (anti *acne*) kadar asam salisilat memenuhi persyaratan Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republikndonesia No.HK.00.05.42.1018 Tahun 2010 yaitu tidak lebih dari 2%.

## 5. Artikel Kelima

Judul Artikel : *Analysis Of Salicylic Acid, Arbutin And Corticosteroidsn Skin Whitening Creams*

*Availablen Pakistan Using Chromatographic  
Techniques*

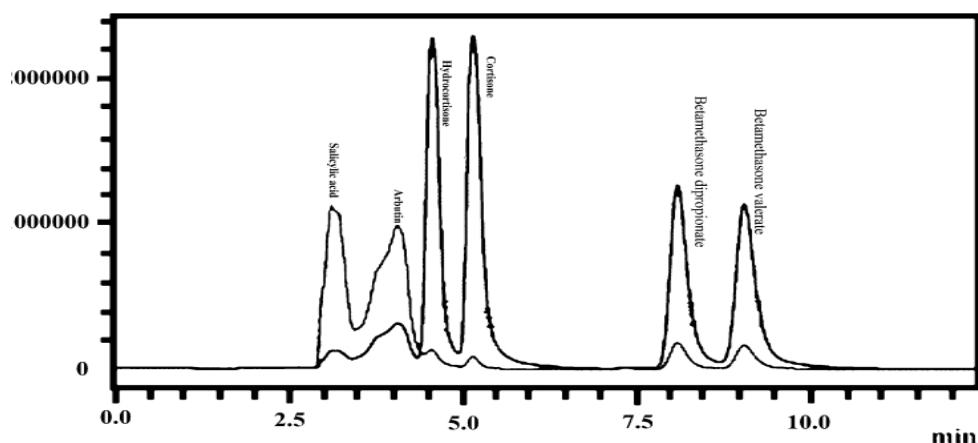
- Penulis Artikel : Aima Shams, slam Ulah Khan, dan Haffsahqbal
- Nama Jurnal : *International Journal Of Cosmetic Science*
- Penerbit : *Department of Chemistry, Government College  
University, Lahore, Pakistan*
- Volume & Halaman : Volume 38, halaman 421-428
- Tahun Terbit : 2016
- Isi Artikel
- Tujuan Penelitian : Untuk menetapkan dan mengembangkan metode RP-HPLC untuk menganalisis secara akurat bahan pemutih kulit yang sering digunakan dalam krim kosmetik yang tersedia di Pakistan
- Metode Penelitian
- Jenis Penelitian : Deskripsi Analitik
- Populasi dan Sampel : Sampel terdiri dari 33 krim pemutih kulit, yang tersedia di pasar lokal Pakistan.
- Instrumen : RP-HPLC, pompa LC-20AT, detektor *diode array*, kolom RP C<sub>18</sub>, sonikator, timbangan analitik
- Metode Analisis :
1. Analisis kuantitatif dengan KCKT, dengan prosedur : preparasi sampel,

larutan standar dan penetapan kadar.

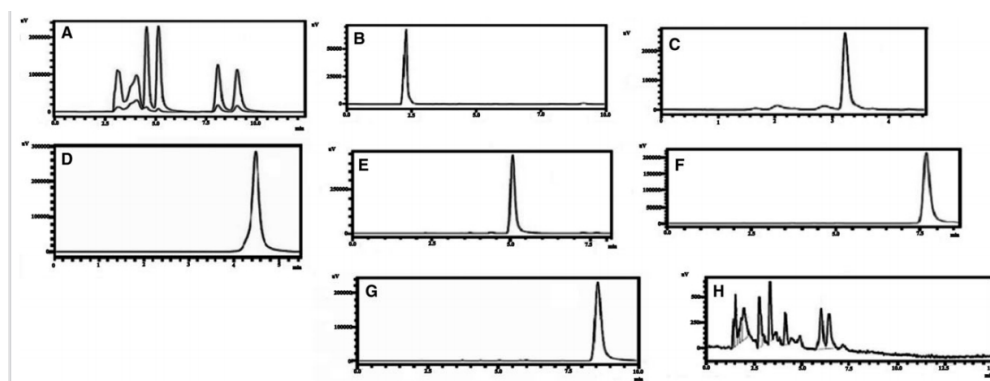
- Validasi Metode, yang terdiri dari penentuan akurasi, presisi, linieritas, LOD dan LOQ, dan ketahanan.

Hasil Penelitian :

Pada penentuan panjang gelombang maksimum, detektor *array photodiode* mengidentifikasi  $\lambda_{maks}$  pada 280 nm untuk asam salisilat dan arbutin, sedangkan kortison, hidrokortison, betametason valerat dan betametason dipropionat  $\lambda_{maks}$  teridentifikasi pada 254 nm.



Gambar 3.7 Kromatogram Representatif Dari Larutan Standar Kerja Asam Salisilat, Arbutin, Hidrokortison, Kortison, Betametason Valerat Dan Betametason Dipropionat (Shams *et al.*, 2016)



Gambar 3.8 Kromatogram (A) Campuran Asam Salisilat, Arbutin, Kortison, Hidrokortison, Betametason Valerat dan Betametason Dipropionat (B)

Asam Salisilat, (C) Arbutin, (D) Hidrokortison, (E) Kortison, (F) Betametason Dipropionat, (G) Betametason Valerat, (H) Matriks Kosong (Shams et al., 2016)

Diperoleh persamaan regresi pada asam salisilat yaitu  $Y=5007,805x + 7683,1$  dengan nilai  $r=0,99$ . Persamaan regresi pada arbutin yaitu  $Y=15289,35x + 131327$ , dengan nilai  $r=0,99$ . Persamaan regresi pada kortison yaitu  $Y=30920,52x + 5384,2$  dengan nilai  $r=0,99$ . Persamaan regresi pada hidrokortison yaitu  $Y=33548,67x + 115810$ , dengan nilai  $r=0,99$ . Persamaan regresi pada betametason dipropionate yaitu  $Y=294367,25x + 541979,9$  dengan nilai  $r=0,99$ . Persamaan regresi pada betametason valerat yaitu  $47,076,7x + 80476$ , dengan nilai  $r=0,99$ .

Tabel 3.14 Nilai Linieritas

Parameter	RP-HPLC					
	Asam salisilat	Arbutin	Kortison	Hidrokortison	Betametason dipropionat	Betametason valerat
Linieritas ( $\mu\text{g/mL}$ )	20-100	20-100	20-100	20-100	20-100	20-100
Nilai Regresi	0,99	0,99	0,00	0,99	0,99	0,99
y-intersep	7683,1	131327	5384,2	115810	541979,9	80476
slope	5007,805	15289,35	30920,52	33920,52	294367,2	47076,7

(Shams et al., 2016)

Pada pengukuran LOD dan LOQ, diperoleh data pada masing-masing sampel yaitu asam salisilat diperoleh 0,48 dan 1,20  $\mu\text{g/mL}$ , untuk arbutin diperoleh 0,09 dan 0,22  $\mu\text{g/mL}$ , kortison diperoleh 0,07 dan 0,18  $\mu\text{g/mL}$ . Hidrokortison diperoleh 0,06 dan 0,24  $\mu\text{g/mL}$ , betametason valerate diperoleh 0,07 dan 0,20  $\mu\text{g/mL}$ , betametason dipropionate diperoleh 0,02 dan 0,06  $\mu\text{g/mL}$ .

Tabel 3.15 LOD dan LOQ

RP-HPLC	Parameter	
	LOD ( $\mu\text{g/mL}$ )	LOQ ( $\mu\text{g/mL}$ )
Asam salisilat	0,48	1,20
Arbutin	0,09	0,22
Kortison	0,07	0,18
Hidrokortison	0,06	0,24
Betametason valerat	0,07	0,20
Betametason dipropionat	0,02	0,06

(Shams et al., 2016)

Berdasarkan hasil perhitungan akurasi didapatkan nilai % *recovery* untuk asam salisilat 97,18%, untuk arbutin 97,90%, untuk kortison 98,30%, untuk hidrokortison 97,63%, untuk betametason valerate 98,65% dan betametason dipropionate 98,18%.

Tabel 3.16 Akurasi

Obat	% konsentra si	Konsentra si sebelum ( $\mu\text{g/mL}$ )	Konsentra si setelah ( $\mu\text{g/mL}$ )	Jumlah % pemulihan ( $\mu\text{g/mL}$ )	% <i>recovery</i>	% rata-rata <i>recovery</i>
Asam salisilat	60	100	160	157,02	98,12	97,18
	80	100	180	176,36	97,97	
	100	100	200	190,90	95,45	
Arbutin	60	100	160	158,35	98,96	97,90
	80	100	180	177,34	98,52	
	100	100	200	193,01	96,51	
Kortison	60	100	160	156,88	98,05	98,30
	80	100	180	178,44	99,13	
	100	100	200	195,46	97,73	
Hidrokortison	60	100	160	154,93	96,83	97,63
	80	100	180	176,44	98,02	
	100	100	200	196,09	98,04	
Betametason dipropionat	60	100	160	157,05	98,16	98,18
	80	100	180	175,54	97,52	
	100	100	200	197,71	98,86	
Betametason valerat	60	100	160	158,91	99,32	98,65
	80	100	180	176,66	98,14	
	100	100	200	196,99	98,50	

(Shams et al., 2016)

Diperoleh nilai presisi data koefisien variasi pengerjaan antar hari (*interday*) dan dalam hari (*intraday*), % RSD untuk masing-masing sampel didapatkan rata-rata yaitu untuk asam salisilat 0,46 dan 0,32, untuk arbutin

0,42 dan 0,31, untuk kortison 0,36 dan 0,34, hidrokortison 0,33 dan 0,35, untuk betametason valerate 0,46 dan 0,33 untuk betametason dipropionate 0,38 dan 0,37.

Tabel 3.17 Presisi

Pengamatan	Level				
	(Interday n=5)		(Intraday n=5)		
	Konsentrasi ( $\mu\text{g/mL}$ )	% RSD	Rata-rata % SD	% RSD	Rata-rata % SD
Asam salisilat					
Rendah	20	0,381	0,461	0,271	0,329
Sedang	60	0,452		0,311	
Tinggi	100	0,551		0,405	
Arbutin					
Rendah	20	0,421	0,421	0,319	0,317
Sedang	60	0,517		0,283	
Tinggi	100	0,325		0,351	
Kortison					
Rendah	20	0,256	0,360	0,291	0,346
Sedang	60	0,374		0,336	
Tinggi	100	0,451		0,410	
Hidrokortison					
Rendah	20	0,344	0,336	0,290	0,250
Sedang	60	0,428		0,336	
Tinggi	100	0,237		0,410	
Betametason valerat					
Rendah	20	0,384	0,463	0,460	0,339
Sedang	60	0,572		0,212	
Tinggi	100	0,435		0,345	
Betametason dipropionat					
Rendah	20	0,562	0,385	0,374	0,372
Sedang	60	0,343		0,280	
Tinggi	100	0,251		0,462	

(Shams et al., 2016)

Ketahanan dilakukan untuk membuktikan bahwa metode yang digunakan handal dan tahan karena kinerja metode (waktu retensi dan respon) tidak banyak dipengaruhi oleh variasi yang disengaja dalam komposisi fase gerak (asetonitril:metanol:air di 40:40:20), dengan laju aliran (0,7-0,9 mL



$\text{min}^{-1}$  dan panjang gelombang yang ditunjukkan pada tabel 3.18.

Tabel 3.18 Ketahanan

Kondisi	% RSD					
	Asam salisilat	Arbutin	Kortison	Hidrokortison	Betameta son valerat	Betameta son dipropionat
Laju alir (+10%)	0,38	0,31	0,34	0,41	0,52	0,37
Laju alir (-10%)	0,3	0,25	0,29	0,21	0,27	0,18
Panjang gelombang (+2)	0,28	0,27	0,28	0,31	0,64	0,51
Panjang gelombang (-2)	0,41	0,4	0,18	0,17	0,21	0,22
Organik (+2)	0,16	0,18	0,27	0,21	0,09	0,29
Organik (-2)	0,22	0,24	0,2	0,18	0,12	0,21

(Shams *et al.*, 2016)

Penentuan kadar pada sampel 33 krim pemutih didapatkan hasil kandungan bahan obat asam salisilat pada rentang 0,00%-0,03%, arbutin pada rentang 0,00%-0,07%, kortison pada rentang 0,00%-0,01%, sedangkan hidrokortison, betametason valerat dan betametason dipropionat pada 0,00%.

Tabel 3.19 Penetapan Kadar Asam Salisilat, Arbutin, Kortison, Hidrokortison, Betametason Valerat dan Betametason Dipropionat dalam Sampel Krim Pemutih Kulit

Sampel kode	Konsentrasi agen pemutih kulit					
	Asam salisilat ( $\mu\text{g/mL}$ )	Arbutin ( $\mu\text{g/mL}$ )	Kortison ( $\mu\text{g/mL}$ )	Hidrokor tison ( $\mu\text{g/mL}$ )	Betameta son valerat ( $\mu\text{g/mL}$ )	Betameta son dipropio nat ( $\mu\text{g/mL}$ )
PWC	88,87	82,98	17,33	0,00	0,00	0,00
SLWC	8,51	15,21	21,95	0,00	0,00	0,21
NWC	248,40	726,52	0,00	0,00	8,56	0,00
OWC	81,60	60,50	0,00	0,00	0,00	0,00
NIWC	15,54	21,86	0,00	5,09	0,00	0,00
GCC	2,40	14,85	2,99	9,70	0,00	0,00
ZBC	63,70	96,12	0,00	0,00	0,00	0,00
EWC	54,88	15,44	0,00	0,00	0,00	0,00

FBC	109,06	373,08	4,75	0,00	0,00	0,00
WFWC	250,70	152,82	0,00	0,00	0,00	0,00
SWWC	101,50	144,85	0,00	48,10	0,00	0,00
NFBC	0,00	56,87	5,49	24,22	1,77	1,51
F&LBC	2,16	0,79	1,00	0,84	1,01	0,00
FFBC	100,10	5,98	0,98	9,98	0,00	0,88
GWC	43,78	2,87	0,00	33,90	0,00	0,00
WWC	233,90	185,80	21,86	14,70	0,00	0,00
PBBC	389,80	90,33	63,93	0,00	0,00	0,00
ABC	122,21	298,35	0,00	0,00	0,00	0,00
UWC	22,54	12,90	0,00	0,00	0,00	0,00
ZBC	3,87	35,60	1,75	28,33	0,00	0,00
DUWC	1,10	730,01	0,00	1,23	0,00	0,00
ZWC	23,98	65,87	0,00	0,00	2,66	0,00
WSBC	17,91	55,84	109,81	19,88	0,00	0,00
WGWC	2,37	141,33	0,23	0,00	0,00	0,92
GPBC	0,00	34,94	12,65	0,92	0,00	0,00
NAAC	55,87	7,65	33,90	1,87	0,00	0,00
FLC	23,44	1,09	2,88	2,51	0,00	0,00
VHWL	11,77	33,34	1,09	0,00	0,00	0,00
GL	0,00	12,09	7,77	0,00	0,00	0,00
BB	7,99	41,91	0,00	0,00	0,00	0,00
SC	22,10	12,44	8,55	0,00	0,00	0,00
LWC	0,00	0,00	13,24	26,20	0,00	0,00
PWBC	99,93	1,44	25,50	15,55	1,10	0,00

(Shams *et al.*, 2016)

Kesimpulan :

Semua produk yang dijual sebagai kosmetik mengandung zat pemutih yang dicurigai tanpandikasi yang jelas pada labelnya. Oleh karena itu, metode RP-HPLC dilakukan pada 33 sampel kosmetik yang dicurigai dianalisis, menunjukkan bahwa produk kosmetik yang mengandung zat pemutih illegal dijual di pasar Pakistan.