

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **A. Metode Penelitian Dengan *Review* Artikel.**

Penelitian ini dilakukan menggunakan metode *review* artikel dengan teknik *compare* yaitu *review* dengan mencari kesamaan dari beberapa literatur dan diambil kesimpulan. *Review* artikel merupakan desain penelitian yang dilakukan dengan cara mencari teori referensi yang berkaitan yang sesuai dengan judul dan permasalahan yang akan diteliti. Referensi-referensi tersebut dapat berbentuk artikel maupun buku yang sudah diakui secara luas dan sudah terindeks. *Review* artikel yang dilakukan mengenai kandungan *Methyl paraben* dalam berbagai produk kosmetik dari beberapa daerah.

Tahapan-tahapan dalam melakukan *review* artikel sebagai berikut:

1. Mencari artikel-artikel terkait dengan penelitian yang akan dilaksanakan tentang kandungan nipagin (*Methyl paraben*) dalam berbagai produk kosmetik.
2. Melakukan perbandingan artikel-artikel pada penelitian-penelitian sebelumnya dengan mengacu pada kesimpulan umum pada masing-masing artikel tanpa melakukan analisis statistik atau analisis mendalam data dan hasil penelitian.
3. Menyimpulkan perbandingan artikel sesuai dengan tujuan penelitian.

Pengumpulan artikel pada *review* artikel ini menggunakan kata kunci yaitu: kosmetik, Nipagin (*Methyl Paraben*). Sumber pengumpulan artikel yang digunakan melalui *google cendikia* atau *google scholar review* artikel

ini menggunakan artikel terbitan dari tahun 2012-2022 yang dapat diakses *fulltext* dalam format PDF. Kriteria artikel yang digunakan merupakan artikel berbahasa Inggris dan bahasa Indonesia dengan subjek kandungan Nipagin (*Methyl Paraben*) sebagai bahan pengawet dalam berbagai produk kosmetik. *Review* artikel ini menggunakan 5 artikel yang akan diteliti sebagai data sekunder yaitu terdapat 2 artikel internasional dan 3 artikel nasional. Dilakukan perbandingan dari artikel-artikel sebelumnya dengan merujuk simpulan umum pada masing-masing artikel dan menyimpulkan hasil perbandingan artikel sesuai dengan tujuan penelitian. Artikel yang dikumpulkan meliputi kriteria inklusi dan kriteria eksklusi yang bertujuan untuk menyeleksi artikel dan penilaian. Berikut kriteria inklusi dan kriteria eksklusi yaitu:

a. Kriteria inklusi

Kriteria inklusi yang ciri-ciri yang akan dipilih peneliti untuk dimasukkan dalam artikel untuk dilakukan *review*.

Kriteria inklusi pada *review* artikel ini adalah:

- 1) Artikel yang dipublikasikan pada tahun 2012-2022 (*fulltext* PDF).
- 2) Analisis kualitatif dengan metode KLT dan analisis kuantitatif menggunakan metode KCKT Spektrofotometri UV-Vis dan KLT-Densitometri.
- 3) Artikel nasional terakreditasi SINTA (*Science and Technology Index*).

b. kriteria eksklusi

Kriteria eksklusi yaitu dengan ciri-ciri yang tidak termasuk dalam kriteria artikel untuk dilakukan *review* artikel.

Kriteria eksklusi pada review artikel adalah:

- 1) Artikel publikasi kurang dari tahun 2012.
- 2) Artikel merupakan sebuah *review* artikel.

Artikel yang dilakukan pencarian didapatkan sebanyak 20 artikel yang membahas tentang Nipagin (*Methyl Paraben*) sebagai bahan pengawet dalam kosmetik, dari artikel tersebut diseleksi supaya sesuai dengan tema maka diperoleh sebanyak 15 artikel. Artikel yang dipilih sebanyak 10 tersebut kemudian dilakukan perbandingan abstraknya untuk menentukan artikel mana yang layak untuk *review* artikel sehingga diperoleh 7 artikel. Artikel yang abstraknya telah sesuai diseleksi lagi berdasarkan kriteria inklusi dan kriteria eksklusi, sehingga artikel yang terpilih sebanyak 5 artikel yang terdiri dari 2 artikel internasional dan 3 artikel nasional.

**B. Informasi dan Jumlah Artikel.**

Penelitian ini menggunakan 5 artikel acuan sebagai data sekunder yang akan digunakan sebagai dasar utama penyusunan hasil serta pembahasan yang akan di analisa. Dalam artikel menggunakan 2 artikel internasional dan 3 artikel nasional yang sudah terakreditasi di Indonesia. Artikel yang digunakan menggunakan metode eksperimental yang sejenis. Berikut data dari artikel yang akan digunakan:

**Tabel 3. 1** Data Artikel Yang Digunakan.

<b>Artikel 1 (Internasional)</b>	
Artikel	<i>International Journal of Pharmacy Teaching &amp; Practices</i>
Judul	<i>HPLC Determination of some frequently used Parabens in Sunscreen</i>
Tahun; Volume (No):	2012; 3(1): 219-224
Halaman	
H-index	4
Impact Factor	-
Quartil	-
Sjr	-
<b>Artikel 2 (Internasional)</b>	
Artikel	<i>International Journal of Pharmaceutical Science Review and Research</i>
Judul	<i>Determination of Methyl Paraben from Cosmetik by UV Spectroscopy</i>
Tahun; Volume (No):	2019; 04: 17-21
Halaman	
H-index	4
Impact Factor	-
Quartil	-
Sjr	-
<b>Artikel 3 (Nasional)</b>	
Artikel	Kovalen Jurnal Riset Kimia
Judul	Analisis penetapan kadar nipagin dalam sediaan <i>Body Lotion</i> TIE (Tanpa Izin Edar) Yang Beredar Di Pasar Tradisional Kota Palu
Tahun; Volume (No):	2016; 2(3) : 73-79
Halaman	
Sinta	S4
H-index	9
<b>Artikel 4 (Nasional)</b>	
Artikel	<i>Indonesian Journal of Legal and Forensic Science</i>
Judul	Analisis Kualitatif dan Kuantitatif Kandungan Paraben dalam Kosmetik <i>Hand Body Lotion</i>
Tahun; Volume (No):	2019; 9(2) : 89-96
Halaman	
Sinta	-
H-index	1

<b>Artikel 5 (Nasional)</b>	
Artikel	Jurnal Analis Farmasi
Judul	Penetapan kadar Nipagin ( <i>Methyl Paraben</i> ) pada sediaan pelembab wajah secara Kromatografi Lapis Tipis dan Spektrofotometri
Tahun; Volume (No);	2017; 2(3) : 181-187
Halaman	
Sinta	-
H-index	1

### C. Isi Artikel

Paparan isi dari Artikel yang akan ditelaah:

#### 1. Artikel pertama

Judul artikel : *HPLC Determination of some frequently used Parabens in Sunscreen*

Nama artikel : *International Journal of Pharmacy Teaching & Practices*

Penerbit : *University of Sarajevo*

Volume dan Halaman : 3(1), 219-224

Tahun terbit : 2012

Penulis artikel : Belma Imamovic, Miroslav Sober dan Ervina Becic

Isi artikel

Tujuan penelitian : Untuk menggambarkan metode analisis untuk identifikasi dan penentuan metil, etil dan propil paraben dalam produk tabir surya, menggunakan fase diam yang sama dengan

fase gerak yang berbeda yang telah digunakan untuk identifikasi dan penentuan filter UV dari preparat yang sama.

#### Metode

- a. Desain : Eksperimental
- b. Populasi dan sampel : 4 merk kosmetik yang diambil dari pasar di Bosnia dan Herzegovina.
- c. Instrument : Pompa *HPLC Shimadzu 10 Apv* dengan *autosampler* dan detektor *Shimadzu SPD-M10A DAD (Shimadzu Europe GmbH, Dulsburg, Jerman)* menggunakan kolom dan fase gerak.
- d. Metode analisis :

Metode analisis yang dilakukan meliputi pengumpulan sampel, bahan kimia, solusi stok, standar kerja dan persiapan sampel yang dibutuhkan. Metode analisis ini menggunakan metode KCKT menggunakan fase diam terbalik C8 dengan panjang gelombang 254 nm.

- e. Hasil penelitian :

#### 1) Memisahkan optimasi kondisi.

Pada penelitian, pemilihan metode analitik untuk penentuan dan kuantifikasi metil paraben, etil paraben dan propil paraben bergantung pada metode analitik untuk penentuan dan kuantifikasi

filter UV yang disajikan dalam sampel uji. Tujuannya adalah untuk menentukan paraben yang diperiksa menggunakan fase diam yang sama yang telah digunakan untuk filter UV yang diperiksa, dengan fase gerak yang sesuai. Pilihan pertama adalah fase gerak 1 pada tabel 3.2.

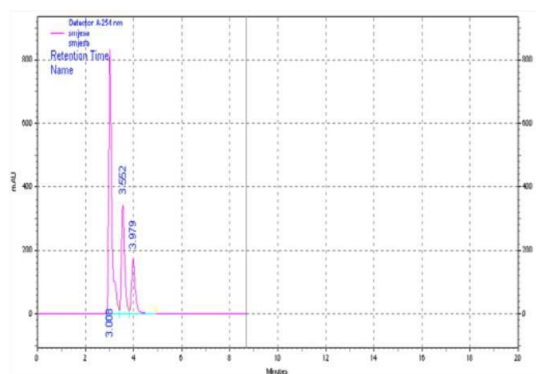
**Tabel 3. 2** Kolom dan Fase gerak yang digunakan dalam KCKT.

Kolom	Fase gerak
Beckman C8 5 $\mu$ m 250 x 4,6	(1) Asetonitril: air-70:30 (2) Metanol: air-60:40

Pemisahan dilakukan dengan campuran *Methyl paraben*, *Ethyl paraben* dan *Propyl paraben*. Waktu retensi fase gerak 1 dapat dilihat pada tabel 3.2

**Tabel 3. 3** Waktu retensi fase gerak 1.

Zat	Metil paraben	Etil paraben	Propil paraben
Waktu retensi (min)	3.00	3.55	3.97



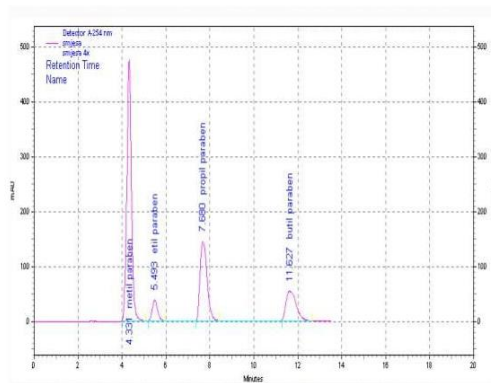
**Gambar 3. 1** Kromatografi campuran *Ethyl paraben*, *Methyl paraben* dan *Propyl paraben* dengan fase gerak 1.

Pemisahan dilakukan dengan menggunakan pemisahan fase gerak 2 memberikan hasil yang lebih baik. Waktu retensi dengan fase gerak 2 berada pada tabel 3.3 dapat dilihat dari kromatogram campuran ketiga paraben berhasil dipisahkan dan resolusinya dapat

diterima yaitu *Methyl paraben* yaitu 4,33, *Ethyl paraben* yaitu 5,49, dan *Propyl paraben* yaitu 7,68.

**Tabel 3. 4** Waktu retensi fase gerak 2.

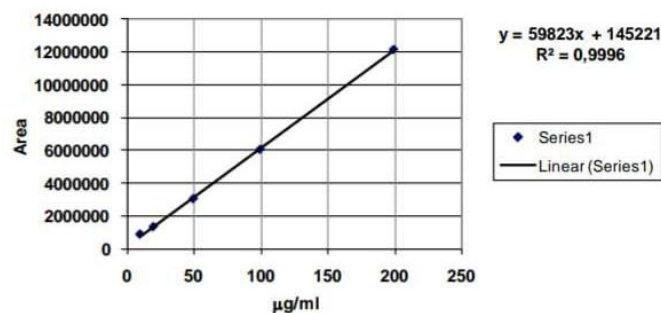
Zat	Metil paraben	Etil paraben	Propil paraben
Waktu retensi (min)	4.33	5.49	7.68



**Gambar 3. 2** Kromatografi campuran *Ethyl paraben*, *Methyl paraben* dan *Propyl paraben* dengan fase gerak 2.

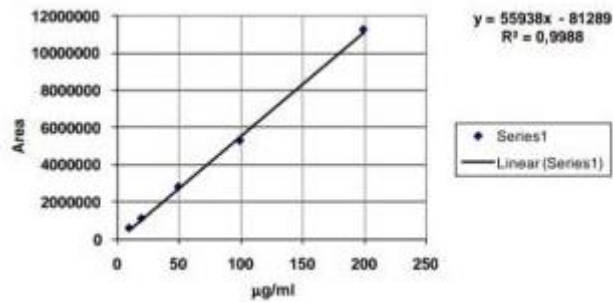
Analisis kuantitatif *Methyl paraben*, *Ethyl paraben* dan *Propyl paraben* dilakukan dengan menggunakan fase diam C8 dan fase gerak metanol:air (60:40). Pemisahan dilakukan dengan panjang serapan maksimum 254 nm.

## 2) Validasi metode analitik.



**Gambar 3. 3** Kurva kalibrasi *Methyl paraben*.

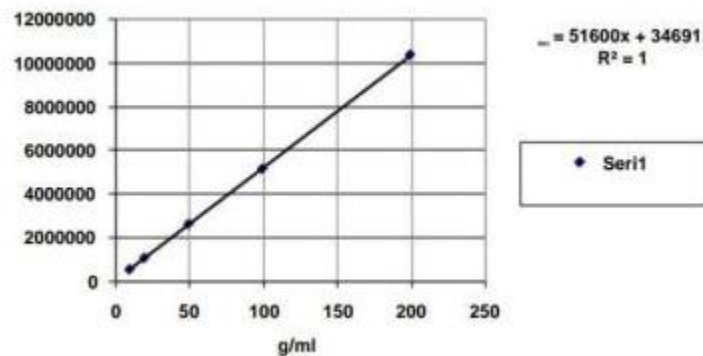




**Gambar 3. 4** Kurva kalibrasi *Ethyl paraben*.

Validasi metode analitik dilakukan sesuai dengan arahan ICH atas linearitas, pengulangan, LOD dan LOQ.

Kromatogram konsentrasi standar *Methyl paraben* dicatat pada panjang gelombang 254 nm. Area dibawah sinyal dan rata-rata aritmatika dihitung untuk tiga kali pengulangan. Untuk setiap aritmatika, SD dan koefisien korelasi linearitas dihitung. Koefisien variasi yang rendah menunjukkan metode pengulangan yang baik.



**Gambar 3. 5** Kurva kalibrasi *Prophyl paraben*.

Koefisien determinasi linearitas ( $R^2$ ), LOD dan LOQ dihitung. Dari kurva kalibrasi terlihat bahwa koefisien linearitas determinasi ( $R^2$ ) untuk *Methyl paraben* yaitu 0,9996, LOD dan

LOQ ditentukan menurut arahan ICH, dari SD respons detektor dan kemiringan kurva kalibrasi .

**Tabel 3. 5** Area yang dipindai dari kromatogram standar *Methyl paraben* dan menghitung: nilai rata-rata aritmatika (AM), SD dan koefisien variasi (CV).

Konsentrasi g/ml	TR (menit)	P1	P2	P3	AM	SD	CV%
10	4.46	870308	976301	873787	873465.33	3009.42	0.34
20	4.46	1309327	1332360	1335005	1325564.00	14123.71	1.07
50	4.46	2983602	3044067	3090036	3039235.00	53381.27	1.76
100	4.46	5924090	6116980	6124655	6055241.67	113645.4	1.88
200	4.46	1198106	1229051	1222460	12165393.3	163003.2	1.34
		0	4	6	3	2	

**Tabel 3. 6** Area yang dipindai dari kromatogram standar *Ethyl paraben* dan menghitung nilai: rata-rata aritmatika (AM), SD dan koefisien variasi (CV).

Konsentrasi g/ml	RT (menit)	P1	P2	P3	AM	SD	CV%
10	5.43	546213	546883	550578	547891.33	2350.71	0.43
20	5.43	1049980	1082285	1080597	1070954.00	18183.61	1.70
50	5.43	2703423	2792851	2799283	2765185.67	53584.63	1.94
100	5.43	5264217	5287161	5284556	5245311.33	70241.83	1.34
200	5.43	11004733	11306733	11350750	11220738.67	188356.60	1.68

**Tabel 3. 7** Area yang dipindai dari kromatogram standar *Propyl paraben* dan menghitung nilai: rata-rata aritmatika (AM), SD dan koefisien variasi (CV).

Konsentrasi g/ml	RT (menit)	P1	P2	P3	AM	SD	CV%
10	7.2	546448	547823	560985	551752	8025.51	1.45
20	7.2	1077120	1072397	1068184	1072567	4470.42	0,42
50	7.2	2605534	2641483	2645974	2630997	22165.64	0,84
100	7.2	5101514	5179719	5191944	5157725.67	49062.98	0,95
200	7.2	10265832	10373158	10466684	10368558	100504.98	0,97

Batas deteksi dan batas kuantifikasi *Methyl paraben* adalah LOD-0,035 g/ml, LOQ-0,116 g/ml, untuk propil paraben didapat LOD-0,061 g/ml, LOQ-0,203 g/ml dan untuk propil paraben didapat LOD-0,009 g/ml, LOQ-0,031 g/ml.

## 3) Analisis kuantitatif.

Konsentrasi sampel tidak melebihi konsentrasi maksimum yang diizinkan yaitu 0,4% untuk ester tunggal dan 0,8% untuk campuran ester.

**Tabel 3. 8** Area yang dipindai dari kromatogram sampel *Methyl paraben* dan menghitung nilai: rata-rata aritmatika (AM), SD dan koefisien variasi (CV).

Sampel	P1	P2	P3	P4	P5	P6	AM	SD	CV%	Jumlah dalam sampel %
1	801523	803169	808194	803162	807732	802453	804372.17	2849.841	0.35	0.110
2	2304379	2297934	2301134	2326180	2289734	2335661	2309170.33	17791.29	0.77	0,362
3	2194033	2174383	2169235	2170443	2163542	2180134	2175295	10712.22	0.49	0,339
4	801523	2420109	2400422	2421254	2408581	2413273	2413174.67	7772.963	0.32	0,379

**Tabel 3. 9** Area yang dipindai dari kromatogram sampel *Ethyl paraben* dan menghitung nilai: rata-rata aritmatika (AM), SD dan koefisien variasi (CV).

Sampel	P1	P2	P3	P4	P5	P6	AM	SD	CV%	Jumlah dalam sampel %
1	109872	109484	103048	109102	109372	108932	108301.67	2594.16	2.39	0.034
3	490978	474754	463899	463274	471025	468501	472071.83	10224.29	2.17	0.099

**Tabel 3. 10** Area yang dipindai dari kromatogram sampel *Propyl paraben* dan menghitung nilai: rata-rata aritmatika (AM), SD dan koefisien variasi (CV).

Sampel	P1	P2	P3	P4	P5	P6	AM	SD	CV%	Jumlah dalam sampel
1	57783	57344	56648	57329	56621	57021	57124.33	450.53	0.797	0.004

## f. Kesimpulan.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa metode analitik yang dikembangkan memungkinkan identifikasi dan kuantifikasi *Methyl paraben*, *Ethyl paraben* dan *Propyl paraben* menggunakan fase diam yang sama dan fase gerak yang berbeda untuk identifikasi dan penentuan filter UV dalam sampel yang sama. Metode ini memenuhi

syarat kriteria validasi melalui parameter: spesifitas, lineartas, pengulangan, LOD dan LOQ.

## 2. Artikel ke-dua

Judul artikel : *Determination of Methyl Paraben from Cosmetics by UV Spectroscopy.*

Nama artikel : *International Journal of Pharmaceutical Science Review and Research.*

Penerbit : *Bilakhia of Collage of Pharmacy.*

Volume dan halaman : 04, 17-21

Tahun terbit : 2019

Penulis artikel : Trupti Bhandari, Dr. Alisha Patel, Khyati Dhodi, Zalak Desai, Saloni Desai.

Tujuan penelitian : Untuk penentuan pendugaan konsentrasi *Methyl paraben* dalam kosmetika.

Metode

a. Desain : Eksperimental

b. Populasi dan sampel : 10 merek yang berbeda tabir surya.

c. Instrument : Spektrofotometer UV-Visible (Double Beam) yang memiliki dua sel kuarsa yang cocok dengan (REPTECH), ultrasonocator (LOBALIFE).

d. Metode analisis :

Metode analisis ini dilakukan dengan metode penyusunan larutan standar dan sampel yang terdiri dari solusi stok, sampel (krim,

lotion dan sampo) solusi, validasi metode 15.16, linearitas ( $n=5$ ), presisi, batas deteksi (LOD), batas kuantitas (LOQ), kekokohan dan perhitungan. Metode ini dilakukan dengan menggunakan metode Spektroskopi UV.

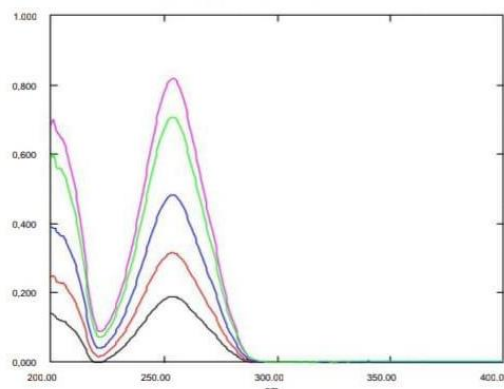
e. Hasil penelitian :

Pada sebagian produk kosmetik didapat kandungan *Methyl paraben* yang ditentukan yaitu tidak lebih dari 0,4% b/b. pada produk Alograce (0,420), Lakme (0,4064), Ponds (0,479), Vaseline (0,4041) menunjukkan kandungan *Methyl paraben* lebih dari 0,4% b/b dan Aloe Vera (0,1528) yang mengandung jumlah lebih dari 0,4% b/w.

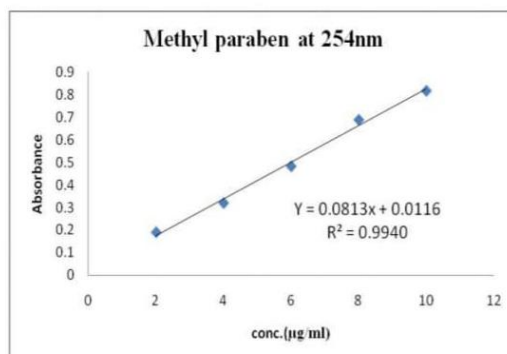
**Tabel 3. 11** Studi linearitas *Methyl paraben*

Konsentrasi ( $\mu\text{g/ml}$ )	Absorbansi (254 nm)
2	0,1893
4	0,3194
6	0,4823
8	0,6887
10	0,8177

*Methyl paraben* dalam kisaran 0,04-0,07% b/b dalam sampo dapat dianggap lebih aman dalam penggunaan untuk sehari-hari.



**Gambar 3. 6** Linearitas *Methyl paraben*.



**Gambar 3. 7** Kurva kalibrasi *Methyl paraben*.

**Tabel 3. 12** Pengulangan

Sr. No	Absorbansi
1	0.4823
2	0.4802
3	0.4828
4	0.4822
5	0.4835
6	0.4932
MEAN	0.484033
SD	0.004624
%RSD	0.955246

**Tabel 3. 13** Presisi *Intraday*

Sr. No	Conc.(µg/ml)	Abs 1	Abs 2	Abs 3	Mean	SD	%RSD
1	4	0.3194	0.3261	0.3245	0.3233	0.0034	1.0821
2	6	0.4823	0.4891	0.4923	0.4879	0.0051	1.0467
3	8	0.6889	0.6811	0.6959	0.6886	0.0074	1.0751

**Tabel 3. 14** Presisi *Interday*

Sr. No.	Conc.(µg/ml)	Abs 1	Abs 2	Abs 3	Mean	SD	%RSD
1	4	0.3194	0.3251	0.3251	0.3246	0.0050	1.5597
2	6	0.4832	0.4821	0.4933	0.4892	0.0060	1.2334
3	8	0.6889	0.6801	0.6989	0.6893	0.0094	1.3626

**Tabel 3. 15** Ketegaran

Panjang gelombang (nm)	Daya Serap
252	0,4951
254	0,4823
256	0,4745

**Tabel 3. 16** Absorbansi dan % *Methyl paraben* yang ditemukan dalam produk kosmetik.

Sr. No	Produk kosmetik	Absorbansi	% <i>Methyl paraben</i> yang ditemukan
1	<i>Alograce cream</i>	0.1815	0.4200
2	<i>Lakme cream</i>	0.1756	0.4064
3	<i>Ponds cream</i>	0.2050	0.4790
4	<i>Nivea cream</i>	0.1919	0.0440
5	<i>Vaseline lotion</i>	0.1747	0.4041
6	<i>Neem aloe vera face pack</i>	0.6302	0.1528
7	<i>Dove shampo</i>	0.2034	0.0475
8	<i>Clinic plus shampo</i>	0.3048	0.0725
9	<i>Pantene shampo</i>	0.2181	0.0511
10	<i>Almond shampo</i>	0.3048	0.0475

f. Kesimpulan.

Pada penelitian, metode paraben yang dideteksi dan divalidasi dalam kosmetik menggunakan metode Spektroskopi UV yang didapat serapan maksimum pada 254 nm. Hal ini dapat ditetapkan untuk penentuan *Methyl paraben* dalam kosmetik di kisaran 0,4%.

3. Artikel ke-tiga.

Judul artikel : Analisis penetapan kadar nipagin dalam sediaan *body lotion* TIE (Tanpa Izin Edar) yang beredar di pasar tradisional Kota Palu.

Nama artikel : Kovalen Jurnal Riset Kimia.

Penerbit : Universitas Tadulako.

Volume dan halaman : 2(3); 73-79.

Tahun terbit : 2016.

Penulis artikel : Vini Mandasari, Syariful Anam dan Yonelian Yuyun.

### Isi artikel

Tujuan penelitian : Untuk mengetahui jumlah kadar pengawet nipagin pada *body lotion* racikan tanpa izin edar (TIE).

### Metode

- a. Desain : Eksperimental.
- b. Populasi dan sampel : *Body lotion* racikan (TIE) yang dijual di pasar tradisional Kota Palu.
- c. Instrument : Batang pengaduk, bejana elusi (Camag), alat-alat gelas (Pyrex), lampu uv (Camag), kertas saring, lemari asam.
- d. Metode analisis :

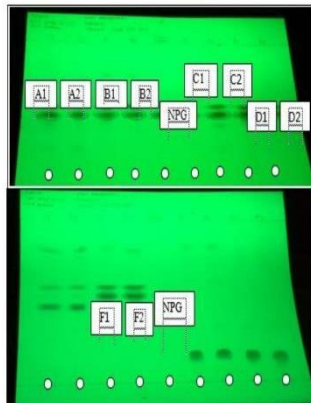
Metode pada penelitian ini dimulai dengan pengambilan sampel, pembuatan larutan sampel, pembuatan larutan baku nipagin BPFI dan analisis nipagin dalam sampel dengan KLT dan Spektrofotometri Uv-vis.

- e. Hasil penelitian :

#### 1) Metode Kromatografi Lapis Tipis.

Dari hasil pengujian *body lotion* menunjukkan serapan maksimum pada panjang gelombang yang sama yaitu 257 nm. Hasil analisis KLT hanya 5 sampel yang menunjukkan adanya kandungan nipagin.





**Gambar 3. 8** Kromatogram sampel body lotion dengan fase gerak toluen:asam asetat glasial (80:20).

2) Spektrofotometri Uv-Vis.

Hasil penetapan kadar nipagin dengan metode Spektrofotometri Uv-Vis didapatkan semua sampel yang mengandung nipagin yaitu sampel A1 = 0,232%; A2 = 0,229%; B1 = 0,124%; B2 = 0,120%; C1 = 0,120%; C2 = 0,117%; D1 = 0,267%; D2 = 0,273%; F1 = 0,213% dan F2 = 0,215%.

**Tabel 3. 17** Hasil penetapan kadar Nipagin dengan metode Spektrofotometri.

No.	Kode sampel	Serapan sampel	Kadar sampel / standar %	Kadar rata-rata %
1	A1	0,404	0,232	0,23
2	A2	0,397	0,229	
3	B1	0,215	0,124	0,12
4	B2	0,209	0,120	
5	C1	0,209	0,120	0,11
6	C2	0,203	0,117	
7	D1	0,464	0,267	0,27
8	D2	0,474	0,273	
9	F1	0,369	0,213	0,21
10	F2	0,373	0,215	
11	NPG	0,687	0,4	-

## f. Kesimpulan :

Dari hasil penelitian, diketahui bahwa *body lotion* tanpa izin edar (TIE) yang diuji mengandung Nipagin masing-masing sampel pasar tradisional Masomba A1 = 0,232%, A2 = 0,229% dan B1 = 0,124%, B2 = 0,120%, pasar tradisional Manonda C1 = 0,120%, C2 = 0,117%, dan D1 = 0,267%, D2 = 0,273% dan pasar Losani F1 = 0,213% dan F2 = 0,215%.

## 4. Artikel ke-empat.

Judul artikel : Analisis kualitatif dan kuantitatif kandungan paraben dalam kosmetik *hand body lotion*.

Nama artikel : *Indonesian Journal of Legal and Forensic Science*.

Penerbit : Universitas Udayana.

Volume dan halaman : 9(2); 89-96.

Tahun terbit : 2019.

Penulis artikel : Wiwin Mey Tjiang, Ni Putu Diah Kusuma Dewi, Putu Agus Andika Prayoga, Desak Putu Ayu Suariyani, Gusti Ayu Kopang Maharani, Putu Ayu Rismayani, Ni Made Widi Astuti.

Isi artikel.

Tujuan penelitian : Untuk menganalisis paraben secara kualitatif dan kuantitatif dalam tiga sampel *hand body lotion* dengan merk berbeda.

Metode

a. Desain: Eksperimental.

b. Populasi dan sampel : 3 merek sampel *body lotion* berbeda merek yang dapat diperoleh dan dibeli dipasaran dengan merek *body lotion* yaitu Citra, Nivea, dan Vaseline.

c. Instrument : Batang pengaduk, bejana elusi (Camag), alat-alat gelas (Pyrex), lampu uv (Camag), kertas saring, lemari asam (Esco) dan timbangan analitik (Sartorius).

d. Metode analisis :

Metode analisis yang digunakan pada penelitian ini dimulai dari pengambilan sampel, pembuatan larutan stok *Methyl paraben*, pembuatan larutan baku *Methyl paraben*, pembuatan larutan seri *Methyl paraben*, preparasi sampel dan penetapan kadar *Methyl paraben* menggunakan metode Kromatografi Lapis Tipis fase terbalik.

e. Hasil penelitian:

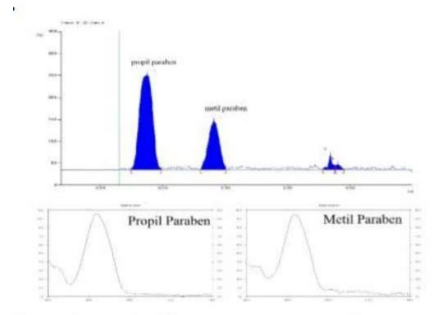
Metode analisis yang digunakan adalah Kromatografi Lapis Tipis, dilakukan optimasi dengan 2 macam fase yaitu fase diam dan

fase gerak yang berbeda, dimana fase diam terdapat silika gel C-18 dan fase gerak terdapat metanol dengan 2 kali elusi.

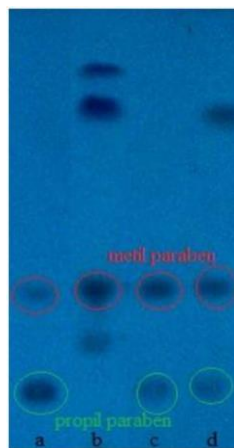
**Tabel 3. 18** Perbandingan pemisahan dengan C-18 dan metode lainnya.

No.	Fase diam	Fase gerak	Rf		Resolusi <i>Methyl</i> dan <i>Propil paraben</i>
			<i>Prophyl Paraben*</i>	<i>Methyl Paraben**</i>	
1	C-18	Elusi 1: metanol 60%. Elusi 2: metanol 30%.	0.15	0.37	2.32
2	Silika G60 F254	Touena: asam asetat glasial (80:20)	0.47	0.47	0
3	Silika G60 F254	n-heksana: DCM : asam asetat (25:5:3)	0.53	0.42	1.1
4	Silika G60 F254	Etil asetat:etanol:amonia (85:10:5)	0.97	0.94	0.6
5	Silika G60 F254	Metanol:kloroform (7:93)	0.6	0.57	0.4

Nilai Rf standar dari *Methyl paraben* dan *Prophyl paraben* yaitu 0,37 dan 0,15, dimana nilai Rf *Prophyl paraben* berada diluar rentang yang disarankan yaitu 0,2-0,8. Hal tersebut diakibatkan oleh afinitas analit terlalu besar terhadap fase diam sehingga tertambat kuat, penggunaan methanol dan air sebagai eluen memberikan sifat eluen yang sangat polar sehingga tidak mampu mendistribusikan analit ke jarak yang lebih jauh. Identifikasi kualitatif *Methyl paraben* dan *Prophyl paraben* terhadap produk *hand body lotion* dilakukan dengan membandingkan spot pada plat KLT secara visual.



**Gambar 3. 9** Kromatogram dan spektrum standar *Prohyl* dan *Methyl paraben*.

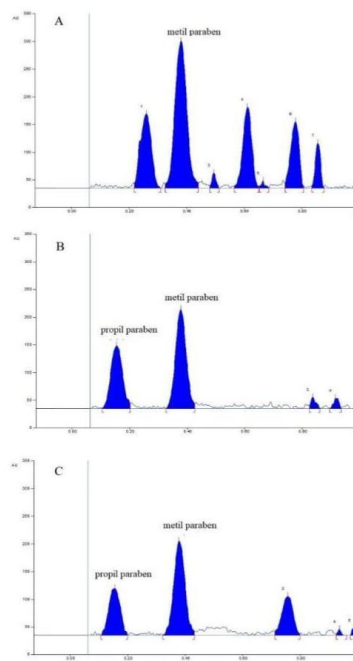


**Gambar 3. 10** Plat KLT standar dan sampel.

Plat KLT standar dan sampel pada 254 nm yang menunjukkan pemisahan pada plat KLT C-18 yang terdiri atas standar (spot a) dan sampel A (spot B), sampel B (spot C), dan sampel C (spot D). plat KLT C-18 pada  $\lambda_{254 \text{ nm}}$  menunjukkan sampel B dan C memiliki Rf yang sama dengan standar propil paraben dan pada sampel A, B, C memiliki Rf yang sama dengan standar metil paraben.

Berdasarkan hasil identifikasi visual diperoleh sampel B dan C memiliki Rf yang mirip dengan standar Rf standar *Methyl paraben* dan *Propyl paraben* yaitu 0,38 dan 0,16, sementara pada sampel A tidak ditemukan adanya *Propyl paraben*, namun masih ditemukan

*Methyl paraben*. Nilai resolusi *Methyl paraben* dan *Propyl paraben* dengan puncak terdekat adalah 2,2 baik pada sampel B dan C. selain itu sedikitnya analit yang ditemukan dalam plat menunjukkan jika metode preparasi sampel yang cukup baik dalam analisis kualitatif paraben.



**Gambar 3. 11** Kromatogram dari sampel A, B dan C menunjukkan antar puncak terpisah yang baik.

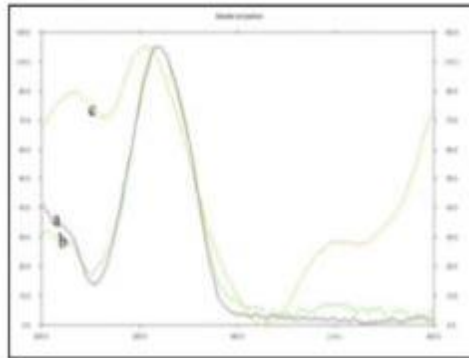
Berdasarkan pada referensi pustaka yang digunakan diperoleh nilai Rf *Methyl paraben* dan *Propyl paraben* secara berturut-turut sebesar 0,57 dan 0,37 dengan metode elusi yang serupa. Hasil tersebut berbeda dengan hasil yang diperoleh dari standar yang digunakan untuk *Methyl paraben* yaitu 0,37 dan untuk *Propyl paraben* yaitu 0,15. Hal tersebut karena dapat disebabkan oleh kondisi dan suasana tempat pengujian yang berbeda seperti kelembaban yang dapat

mempengaruhi proses elusi yang terjadi serta kejenuhan chamber yang dapat berpengaruh pada migrasi eluen (fase gerak) pada proses elusi.

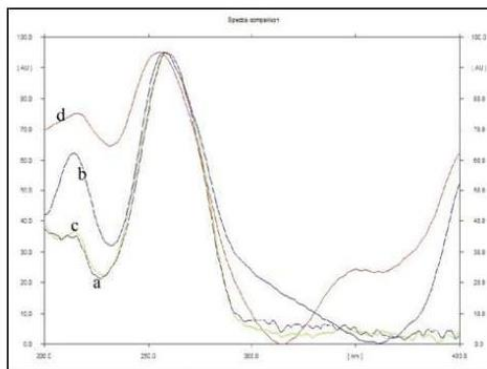
**Tabel 3. 19** Rf pada sampel.

No.	Keterangan	Rf		Resolusi <i>Prophyl Paraben-Methyl Paraben</i>
		<i>Prophyl Paraben</i> *	<i>Methyl Paraben</i> **	
1	Standar	0.15	0.37	2.32
2	Sampel A	-	0.38	-
3	Sampel B	0.16	0.38	2.2
4	Sampel C	0.16	0.38	2.2

Pada perbandingan spektrum diperoleh sampel B memberikan profil spektrum yang sama dengan standar sehingga positif *Methyl paraben*. Pada profil spektrum dari sampel A dan C memiliki sedikit perbedaan dengan spektrum standar, hal ini menunjukkan terjadinya degradasi atau terdapat senyawa yang sama persis dengan *Prophyl paraben* pada spot tersebut.



**Gambar 3. 12** Perbandingan spektrum standar (a), sampel B (b) dan sampel C (c) pada Rf *Prophyl paraben*.



**Gambar 3. 13** Perbandingan spektrum standar (a), sampel A (b), sampel B (c) dan sampel C (d) pada Rf *Methyl paraben*.

Berdasarkan hasil analisis kualitatif sampel yang memiliki kandungan *Methyl paraben* adalah sampel A, B dan C. Pada validasi metode linearitas, diperoleh nilai koefisien korelasi  $r^2 = 0,994$  dan persamaan regresi linear  $y = 60,702x + 571,6$ . Berdasarkan hasil yang diperoleh berturut-turut adalah 88,16%; 93,86%; dan 78,628%. Hasil yang diperoleh dari penetapan validasi metode LOD (*Limit of Detection*) diperoleh nilai LOD yaitu sebesar 4,134 ng/spot, serta LOQ sebesar 13,78 ng/spot.

Berdasarkan hasil persentase kadar *Methyl Paraben* yang terdapat pada sampel diperoleh berturut-turut untuk sampel A yaitu 0,7998%, sampel B yaitu 0,04976%; dan sampel C yaitu 0,036702%. Terdapat satu sampel kosmetik yang melewati ketentuan kandungan *Methyl Paraben* yang ditentukan oleh BPOM yaitu 0,4%.

f. Kesimpulan :

Analisis kualitatif dan kuantitatif dilaksanakan dengan metode KLT-Densitometri menggunakan fase diam adalah plat Silika C-18



dengan dua fase gerak yaitu metanol 60% dan metanol 30%. Pada hasil pengujian menunjukkan bahwa sampel A, B dan C mengandung paraben. Resolusi yang dihasilkan untuk *Methyl paraben* terdapat pada sampel yang berturut-turut untuk sampel A yaitu 0,7998%, sampel B yaitu 0,04976% dan sampel C yaitu 0,036702%.

5. Artikel ke-lima.

Nama artikel	: Jurnal Analis Farmasi.
Judul artikel	: Penetapan Kadar Nipagin ( <i>Methyl Paraben</i> ) pada sediaan pelembab wajah secara Kromatografi Lapis Tipis dan Spektrofotometri UV.
Penerbit	: Universitas Malahayati.
Volume dan halaman	: 2;181-187.
Tahun terbit	: 2017.
Penulis artikel	: Nofita dan Ade Maria Ulfa.
Isi artikel	
Tujuan penelitian	: Untuk mengetahui kadar Nipagin pada sediaan kosmetik pelembab wajah secara Kromatografi Lapis Tipis dan Spektrofotometri Uv.

## Metode

- a. Desain : Eksperimental.
- b. Populasi dan sampel : 3 merek berbeda pelembab wajah yang diambil dari Jalan Kartini Lorong King, Bandar Lampung.
- c. Instruments : Seperangkat alat Kromatografi Lapis Tipis dan Spektrofotometer Uv.
- d. Metode analisis :

Metode analisis yang digunakan pada penelitian dimulai dengan pengambilan sampel, pemisahan, dan penetapan kadar nipagin dengan menggunakan metode Spektrofotometri Ultraviolet.

- e. Hasil penelitian :

### 1) Penandaan pada kemasan.

Sebelum dilakukan identifikasi dan penetapan kadar menggunakan Spektrofotometri Ultraviolet, dilakukan penandaan setiap sampel terlebih dahulu meliputi nama produk, komposisi, nomor registrasi, tanggal kadaluarsa, nomor batch, indikasi dan nama produsen.

**Tabel 3. 20** Hasil penandaan pada kemasan.

No.	Sampel	Nama produk	Komposisi	Nomor registrasi	Tanggal kadaluarsa	Nomor Batch	Indikasi	Nama produsen
1	A	√	√	√	√	√	√	√
2	B	√	√	√	√	√	√	√
3	C	√	√	√	√	√	√	√

## 2) Metode KLT.

Selanjutnya dilakukan penanganan pada setiap sampel dengan menggunakan metode Kromatografi Lapis Tipis. Deteksi yang digunakan dalam pemisahan Nipagin yaitu menggunakan radiasi sinar Ultraviolet 254 nm.

**Tabel 3. 21** Deteksi sinar UV 254 nm.

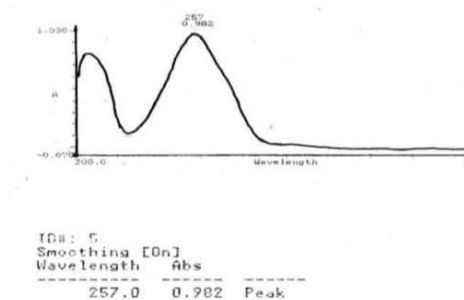
No.	Keterangan	Deteksi sinar UV 254 nm	Hasil
1	Sampel A Sampel B + BP BP	Ungu	Positif
2	Sampel B Sampel B + BP Baku pembanding	Ungu	Positif
3	Sampel C Sampel C + BP BP	Ungu	Positif

**Tabel 3. 22** Perhitungan Harga Rf.

Sampel	Perhitungan	Rf larutan Uji (A)	Rf larutan Uji + Baku (B)	Rf larutan Baku (C)	Selisish Rf <sub>A</sub> dan Rf <sub>C</sub>	Kesimpulan
A	1	0,39	0,41	0,40	0,02	Positif
	2	0,40	0,39	0,41	0,01	
B	1	0,37	0,37	0,38	0,02	Positif
	2	0,36	0,36	0,38	0,02	
C	1	0,38	0,38	0,40	0,02	Positif
	2	0,38	0,38	0,40	0,02	

Berdasarkan hasil deteksi dengan menggunakan sinar UV<sub>254</sub> nm dan Rf KLT dari ketiga sampel pelembab wajah yang terdiri sampel A, B dan C dapat disimpulkan bahwa sampel pelembab wajah positif mengandung Nipagin. Hal ini dapat dilihat dari hasil deteksi dibawah sinar UV<sub>254</sub> nm yaitu terdapat bercak berwarna ungu pada penotolan sampel, baku pembanding dan

kontrol positif memiliki warna yang sama dan jarak rambat yang tidak jauh berbeda. Sebelum dilakukan penetapan kadar, dilakukan terlebih dahulu pengerokan bercak pada KLT kemudian hasil kerokan tersebut dilarutkan dengan etanol. Pengerjaan dilakukan penentuan panjang gelombang terlebih dahulu, penentuan panjang gelombang maksimum Nipagin berada pada panjang gelombang 257 nm sedangkan panjang gelombang maksimum pada Nipagin yang didapat dari KLT yaitu 258 nm. Selanjutnya dilakukan pengukuran absorban sampel dengan metode Spektrofotometri.



**Gambar 3. 14** Panjang gelombang maksimum Nipagin.

### 3) Metode Spektrofotometri.

Absorban yang didapat dari sampel yaitu sampel A pada pengulangan pertama yaitu 0,959 dan pada pengulangan kedua yaitu 0,992, sampel B pada pengulangan pertama yaitu 0,599 dan pada pengulangan kedua yaitu 0,674, dan sampel C pada pengulangan pertama yaitu 0,952 dan pada pengulangan kedua yaitu 0,701. Kadar rata-rata yang diperoleh sampel A yaitu 0,04%, sampel B yaitu 0,02% dan sampel C 0,03%. Dari data yang diperoleh menunjukkan bahwa kadar Nipagin pada pelembab

wajah masih memenuhi persyaratan yang ditetapkan oleh Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor HK.03.1.23.08.11.07517 yaitu tidak lebih dari 0,4% sehingga pelembab wajah masih aman dari bahaya Nipagin.

**Tabel 3. 23** Kadar rata-rata sampel.

No.	Sampel	Panjang gelombang Maksimum ( $\lambda$ maks)	Absorban		Kadar rata-rata (%)	Persyaratan (%) BPOM RI No. HK.03.1.23.08.11.07517 Tahun 2011
			1	2		
1.	A		0,959	0,992	0,04%	
2.	B	258 nm	0,599	0,674	0,02%	0,4%
3.	C		0,952	0,701	0,03%	

f. Kesimpulan :

Dari ketiga sampel A, B dan C didapatkan kadar rata-rata pengawet Nipagin yaitu sampel A 0,04%, sampel B yaitu 0,02% dan sampel C yaitu 0,03%. Kadar Nipagin pada sediaan pelembab wajah masih memenuhi syarat yang ditetapkan oleh BPOM RI No. HK.03.1.23.08.11.07517 yaitu tidak lebih dari 0,4%.