

ANALISIS KUALITATIF DAN KUANTITATIF KANDUNGAN PARABEN DALAM KOSMETIK HAND BODY LOTION

Wiwin Mey Tjiang¹, Ni Putu Diah Kusuma Dewi¹, Putu Agus Andika Prayoga¹,
Desak Putu Ayu Suariyani¹, Gusti Ayu Kopang Maharani¹, Putu Ayu Rismayani¹,
Ni Made Widi Astuti¹

¹Program Studi Farmasi, Fakultas MIPA, Universitas Udayana, Bali
E-mail : wiwinmey@gmail.com

ABSTRAK

Kosmetik merupakan sediaan yang menjadi bagian kehidupan masyarakat modern. Kosmetika *hand body lotion* merupakan salah satu produk yang sering digunakan dengan tujuan melindungi kulit dari sinar matahari. *Hand body lotion* umum menggunakan bahan pengawet dengan maksud mencegah kerusakan akibat pertumbuhan mikroorganisme pada sediaan. Namun, harus dipastikan bahwa kadar bahan pengawet yang digunakan sesuai dengan Peraturan BPOM. Paraben menjadi salah satu bahan pengawet yang umum digunakan sebagai bahan pengawet dalam sediaan kosmetika. Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis paraben secara kualitatif dan kuantitatif dalam tiga sampel *hand body lotion* dengan merk berbeda. 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%, kemudian hasil pemisahan dianalisis pada UV 254 nm. Hasil pengujian menunjukkan bahwa sampel A, B dan C mengandung paraben. Kandungan paraben pada sampel B dan C sudah sesuai dengan komposisi, sementara sampel A tidak sesuai dengan klaim komposisi yang tercantum dalam kemasan.

Kata kunci: Kosmetik, Paraben, KLT-Densitometri

ABSTRACT

Cosmetics are preparations that are part of the life of modern society. Cosmetic hand body lotion is one product that is often used with the purpose of protecting the skin from the sun. Hand body lotions commonly use ingredients preservative with the intention of preventing damage due to the growth of microorganisms on preparation. However, it must be ensured that the levels of preservatives used are appropriate with BPOM Regulations. Paraben is one of the commonly used preservatives as a preservative in cosmetics preparations. This research aims to qualitatively and quantitatively analyze of paraben in three hand body lotion samples with different brands. The qualitative and quantitative analysis was carried out by the TLC method with the stationary phase is the C-18 Silica Gel Plate with two mobile phases 60% methanol and methanol 30%, after that the result of separation will analysis using UV 254 nm. The test results show that samples A, B and C contain paraben. The content of paraben on Samples B and C are in accordance with the composition, while sample A doesn't match composition claims listed in the package.

Keywords: Cosmetic, Paraben, TLC-Densitometry

PENDAHULUAN

Kosmetik menjadi bagian kehidupan masyarakat seiring dengan meningkatnya kebutuhan masyarakat untuk memperbaiki penampilan. Kosmetik merupakan sediaan yang dimaksudkan untuk digunakan pada bagian luar tubuh manusia (epidermis, rambut, kuku, bibir dan organ genital luar) atau gigi dan membran mukosa dengan

tujuan utama membersihkan, mewangikan dan memperbaiki penampilan [1]. Kosmetik yang dapat diedarkan dipasaran harus menggunakan bahan aktif yang aman dan dalam kondisi baik hingga di tangan konsumen [2]. Kosmetik yang beredar dipasaran memiliki beberapa macam bentuk seperti clenaser, krim wajah, krim

pemutih, krim pagi dan malam, deodorant. Salah satu yang sering digunakan masyarakat adalah body lotion yang dapat melindungi kulit dari kerusakan sinar ultraviolet [3]. Sediaan body lotion mengandung beberapa bahan tambahan kosmetik seperti bahan pewarna, bahan tabir surya dan bahan pengawet. Bahan pengawet merupakan bahan yang digunakan dengan tujuan untuk menghambat pertumbuhan mikroorganisme [1]. Menurut [4] bahan pengawet yang umum dan sering digunakan adalah golongan ester paraben seperti metil paraben, etil paraben, propil paraben dan butil paraben.

Paraben adalah senyawa antibakteri yang dapat digunakan untuk mengurangi kontaminasi bakteri. Sifat antibakteri pada paraben berbanding lurus dengan panjang rantai gugus ester, namun berbanding terbalik dengan kelarutan dalam air. Penggunaan paraben dalam kosmetik yang dianjurkan oleh FDA adalah 0,4% untuk pengawet tunggal dan 0,8% untuk pengawet campuran [5] sementara di Indonesia kadar aman metil paraben dan propil paraben secara tunggal adalah 0.4% [1]. Kontrol kualitas terhadap konsentrasi paraben dalam kosmetik penting dilaksanakan karena paraben dapat menyebabkan efek samping berupa kemerahan dan reaksi alergi pada kulit [6].

Penetapan kadar metil dan propil paraben dalam kosmetik pernah dilaksanakan sebelumnya dengan menggunakan metode KLT-Spektrofotodensitometri menggunakan fase normal dengan Silika G60 F254. Adapun fase gerak yang digunakan dan resolusi metil-propil yang diberikan yaitu fase gerak

Toluena: Asam Asetat Glasial (80:20) dengan resolusi 0, dengan fase gerak N-Heksana: DCM: Asam asetat (25:5:3) dengan resolusi 1.1, fase gerak Etil asetat: Metanol: Amonia (85:10:5) dengan resolusi 0.6, dan fase gerak Metanol: Kloroform (7:93) dengan resolusi 0.4. Berdasarkan data tersebut, nilai resolusi metil-propil paraben yang diberikan masih kurang dari 1.5 [7] sehingga dapat dikatakan keterpisahan metil-propil paraben dengan metode tersebut kurang baik.

Berdasarkan uraian tersebut maka penting dilaksanakan penelitian penetapan kadar metil dan propil paraben menggunakan KLT-Spektrofotodensitometri dengan fase terbalik menggunakan Fase Diam C-18 sehingga diharapkan dapat memberikan resolusi yang lebih baik dan mengetahui kandungan metil dan propil paraben secara kualitatif dan kuantitatif pada produk body lotion yang beredar di toko-toko di Kabupaten Badung.

PERCOBAAN

Bahan dan Peralatan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yakni: body lotion (Citra, Nivea, dan Vaseline), Etanol 96% p.a (Merck®), metil paraben (Nipagin) BPHI (Baku Pembanding Farmakope Indonesia), Toluena (Merck®), Asam Asetat Glasial (Merck®), Lempeng silika gel 60 F254 (Merck®), Metanol p.a (Merck®).

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yakni: batang pengaduk, bejana elusi (Camag®), alat-alat gelas (Pyrex®), Lampu UV (Camag®), kertas saring, lemari asam (Esco®), timbangan analitik (Sartorius®).

Metode

Pengambilan Sampel

Sampel body lotion yang digunakan dapat diperoleh dan dibeli dipasaran dengan merek body lotion yaitu Citra, Nivea, dan Vaseline.

Pembuatan Larutan Stok Metil Paraben 1 mg/mL

Ditimbang metil paraben (Nipagin) BPFI sebanyak 10 mg. Kemudian ditambahkan 10 mL metanol dan diaduk hingga larut.

Pembuatan Larutan Baku Metil Paraben 100 µg/mL

Dipipet larutan stok metil paraben (Nipagin) sebanyak 1 mL ke dalam labu ukur 10 mL. Kemudian ditambahkan etanol hingga 10 mL. Lalu digojog hingga homogen,

Pembuatan Larutan Seri Metil Paraben

Dibuat larutan seri metil paraben dengan varian konsentrasi 1 µg/mL, 2 µg/mL, 3 µg/mL, 4 µg/mL, dan 5 µg/mL dalam labu ukur 10 mL dengan menggunakan pelarut etanol.

Preparasi Sampel

Ditimbang sampel lotion (Citra, Nivea, dan Vaseline) sebanyak 1 gram. Kemudian ditambahkan 10 mL etanol, lalu disonikasi selama 10 menit dan disaring dengan kertas Whatman. Hasil saringan dimasukkan dalam labu ukur 50 mL lalu ditambahkan etanol hingga 50 mL.

Penetapan Kadar Metil Paraben

Penetapan kadar metil paraben dilakukan dengan menggunakan metode kromatografi lapis tipis fase terbalik C-18 dengan ukuran plat 10 cm x 20 cm. Pertama, plat KLT dicuci dan diaktivasi pada suhu 110°C selama 10 menit dengan menggunakan metanol. Plat KLT yang

sudah diaktivasi ditotolkan sebanyak 10 µL larutan sampel, larutan seri, dan larutan standar. Chamber dijenuhkan dengan fase gerak metanol 60% dan metanol 30%. Plat yang telah ditotolkan dieluasi dalam chamber berisi fase gerak 60% sampai batas pengembangan. Lalu, dilanjutkan dengan eluasi dalam chamber berisi metanol 30% sampai pada batas pengembangan. Plat yang telah dieluasi dikering-keringkan sebentar lalu diamati dibawah UV_{254 nm} dan UV_{366 nm}. Hasil yang didapatkan dicatat dan ditentukan kadar dari sampel.

HASIL dan PEMBAHASAN

Identifikasi dari propil dan metil paraben dalam produk kosmetik yaitu hand and body lotion dilakukan secara kualitatif untuk memberikan gambaran adanya kandungan propil dan metil paraben dalam produk tersebut. Metode analisis yang digunakan adalah kromatografi lapis tipis karena lebih murah, mudah, dan dapat dilakukan secara simultan untuk analisis kualitatif [16].

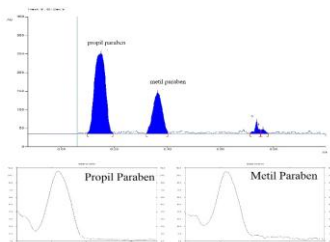
Optimasi pemisahan dilakukan dengan menggunakan 2 macam fase diam dengan fase gerak yang berbeda-beda (Tabel 1). Berdasarkan tabel 1. fase diam yang dipilih adalah silika gel C-18 dan fase gerak yang dipilih adalah metanol dengan 2 kali elusi. Fase diam dan fase gerak ini dipilih karena memiliki pemisahan yang baik yang ditunjukkan oleh nilai resolusi yang lebih dari 1,5, dimana resolusi pemisahan dari metil dan propil paraben adalah 2,32 [17].

Tabel 1. Perbandingan pemisahan dengan C-18 dan metode lainnya

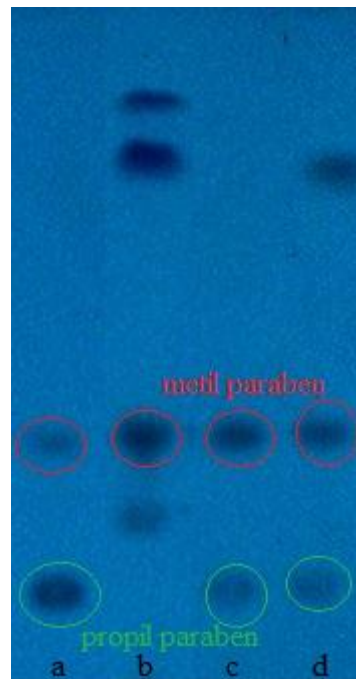
No	Fase diam	Fase Gerak	RF		Resolusi metil-propil paraben
			PP*	MP**	
1	C-18	elusi 1: metanol 60% elusi 2: metanol 30%	0.15	0.37	2.32
2	Silika G60 F254	touena : asam asetat glasial (80:20)	0.47	0.47	0
3	Silika G60 F254	n-heksana : DCM : Asam Asetat (25 : 5 : 3)	0.53	0.42	1.1
4	Silika G60 F254	etil asetat : metanol : 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 metil dan propil paraben adalah sebesar 0.37 dan 0.15, dimana nilai Rf propil paraben berada diluar rentang yang disarankan yaitu 0.2-0.8 [10]. 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 metil dan propil paraben terhadap produk hand and body lotion dilakukan dengan membandingkan spot pada plat KLT secara visual (Gambar 2).



Gambar 1. Kromatogram dan spektrum standar propil dan metil paraben

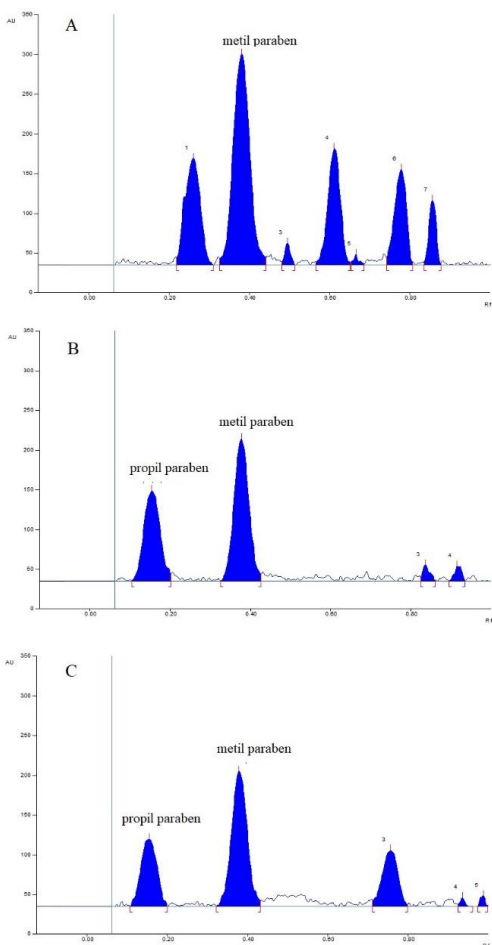


Gambar 2. Plat KLT standar dan sampel pada 254 nm yang menunjukkan pemisahan pada plat KLT C-18 yang terdiri atas standar (spot a) dan sampel A (spot B), sampel B (spot C), dan sampel C (spot D). Plat KLT C-18 pada $\lambda_{254\text{ nm}}$ menunjukkan sampel B dan C memiliki rf yang sama dengan standar propil paraben dan pada sampel A, B, C memiliki rf yang sama dengan standar metil paraben.

Identifikasi visual yang dilakukan berupa membandingkan Rf standar dengan sampel, spot dengan nilai Rf yang sama dapat diindikasikan sebagai senyawa yang sama. Berdasarkan hasil identifikasi visual diperoleh sampel B dan C memiliki Rf yang mirip dengan Rf standar metil dan propil paraben yaitu 0,38 dan 0.16, sementara itu pada sampel A tidak ditemukan adanya propil paraben namun masih ditemukan metil paraben. Kromatogram sampel (gambar 3) menunjukkan pemisahan yang baik antar analit dalam sampel, dimana nilai resolusi metil dan propil 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 digunakan sudah cukup baik dalam analisis kualitatif paraben.

Tabel 2. Nilai rf dan resolusi metil-propil standar serta sampel



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

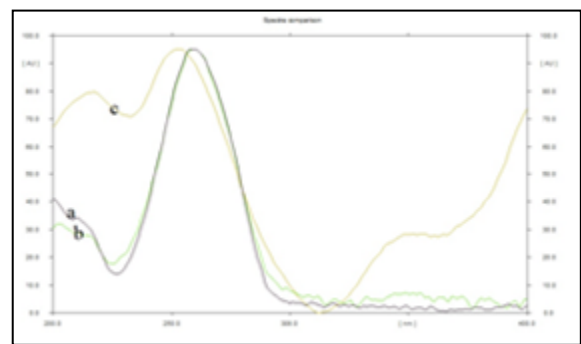
Berdasarkan referensi pustaka yang digunakan diperoleh nilai Rf metil dan propil paraben secara berturut-turut sebesar

0,57 dan 0,37 dengan metode eluasi yang serupa [18]. Hasil tersebut berbeda dengan hasil yang diperoleh dari standar yang digunakan yaitu 0,37 untuk metil paraben dan 0,16 untuk propil paraben. Hal tersebut dapat disebabkan karena kondisi dan suasana tempat pengujian yang berbeda seperti kelembaban yang dapat

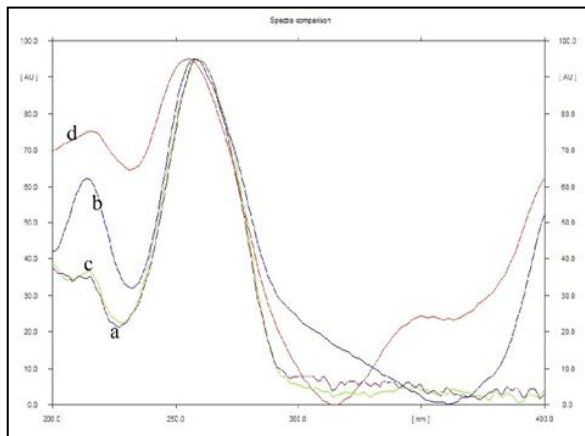
No	Keterangan	Rf		Resolusi PP-MP
		PP*	MP**	
1	Standar	0.15	0.37	2.32
2	Sampel A	-	0.38	-
3	Sampel B	0.16	0.38	2.2
4	Sampel C	0.16	0.38	2.2

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

Selanjutnya dilakukan perbandingan spektrum dari standar, sampel A, sampel B, dan C (gambar 4 dan 5) sebagai klarifikasi bahwa benar pada spot sampel tersebut benar berupa propil paraben. Pada perbandingan spektrum diperoleh jika sampel B memberikan profil spektrum yang sama dengan standar sehingga positif merupakan metil dan propil paraben. Sementara itu 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 propil paraben pada spot tersebut.



Gambar 4. Perbandingan spektrum Standar (a), Sampel B (b), dan Sampel C (c) pada rf propil paraben



Gambar 5. Perbandingan spektrum standar (a), Sampel A (b), Sampel B(c), dan sampel C(d) pada rf metil paraben

Berdasarkan hasil analisis kualitatif sampel yang memiliki kandungan metil dan propil paraben adalah sampel B dan C. Namun pada sampel A tidak ditemukan adanya propil paraben tetapi pada komposisi dicantumkan menggunakan propil paraben sebagai pengawet. Hal ini tentu tidak sesuai karena ditakutkan efektivitas antimikroba produk tidak dapat dijamin sehingga mutu produk dipertanyakan dan dapat membahayakan konsumen.

Pada penelitian ini dilakukan juga analisis secara kuantitatif pada metil paraben. Analisis kuantitatif dilakukan untuk mengetahui kadar metil paraben dalam hand and body lotion. Sebelum melakukan analisis kuantitatif maka dilakukan validasi metode. Validasi metode yang dilakukan antara lain linieritas, akurasi, presisi, LOD dan LOQ.

Validasi metode linieritas dibuat dengan menggunakan 3 variasi konsentrasi yaitu 10 µg/mL, 20 µg/mL, 30 µg/mL, 40 µg/mL,

50 µg/mL. Diperoleh nilai koefisien korelasi $r^2 = 0,994$ dan persamaan regresi linear $y = 60,702x + 571,6$. Pada validasi metode presisi menggunakan 3 variasi konsentrasi dengan 3 kali pengulangan sesuai yang dipersyaratkan oleh Farmakope Indonesia. Dalam penetapan presisi yang menggunakan suatu senyawa standar maka suatu metode dianggap valid jika nilai koefisien variasi (KV) memiliki nilai kurang dari 2% [14]. Berdasarkan hasil yang diperoleh nilai KV yaitu memiliki nilai di atas 2% sehingga metode yang digunakan tidak valid sehingga perlu dilakukan beberapa penyesuaian.

Penetapan validasi metode akurasi atau perolehan kembali dilakukan sesuai dengan persyaratan farmakope Indonesia dan ICH guidelines yaitu menggunakan 3 variasi konsentrasi yang diukur dengan 3 kali pengulangan agar memenuhi validitas suatu metode. Berdasarkan persyaratan perolehan kembali untuk senyawa metil paraben yaitu berada pada kisaran . Hasil yang diperoleh berturut-turut adalah 88,16%, 93,86% dan 78,628%. Berdasarkan hasil yang diperoleh dari penetapan validasi metode LOD (*Limit of Detection*) dan LOQ (*Limit of Quantification*) diperoleh nilai LOD yaitu sebesar 4,134 ng/spot serta LOQ sebesar 13,78 ng/spot.

Penetapan kadar metil paraben menggunakan 3 sampel kosmetik yang tersedia di pasaran. Tujuan dari penetapan kadar ini yaitu sebagai quality control terhadap sediaan yang beredar di masyarakat. Berdasarkan hasil persentase kadar metil paraben yang terdapat pada sampel diperoleh berturut-turut 0,7998%, 0,04976%, 0,036702% untuk sampel A, B dan C. Berdasarkan hasil tersebut diperoleh

kesimpulan bahwa tidak ada satupun dari sampel kosmetik tersebut yang melewati ketentuan kandungan metil paraben yang diatur oleh BPOM yaitu sebesar 0,4% [15]. Maka dapat disimpulkan ketiga sampel tersebut memenuhi standar keamanan untuk digunakan.

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%. Hasil pemisahan dianalisis pada UV 254 nm. Hasil pengujian menunjukkan bahwa sampel A, B dan C mengandung paraben. Resolusi yang dihasilkan untuk metil paraben dan propil paraben adalah 2,2. Hasil persentase kadar metil paraben yang terdapat pada sampel diperoleh berturut-turut 0,7998%, 0,04976%, 0,036702% untuk sampel A, B dan C.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] BPOM RI. 2008. *Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor : HK. 00. 05. 42. 1018*. Jakarta: Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia.
- [2] Atmoko, A. D. dan A. Permadi. 2014. Formulasi Bentuk Sediaan Krim Ekstrak Daun Sirih (*Piper betle* Linn.) Hasil Isolasi Metode Maserasi Etanol 90%. *Indonesian Journal of Medical Science* 1(2):23-28.
- [3] Mandasari, V., S. Anam, Y. Yuyun. 2016. Analisis Penetapan Kadar Nipagin dalam Sediaan *Body Lotion* TIE (Tanpa Izin Edar) yang Beredar di Pasar Tradisional Kota Palu. *Kovalen* 2(3): 73-79.
- [4] Steinberg, D.C.. 2006. *Preservatives Use: Frequency Report and Registration, Cosmetics & Toiletries*. Thailand: Ueno Fine Chemycal Industry LTD.
- [5] Rasyid, N. Q., Muawanah, Rahmawati. 2017. Konsentrasi Pengawet Paraben pada Produk Perawatan Tubuh. *Prosiding Seminar Hasil Penelitian* : 83-86.
- [6] Pangaribuan, L.. 2017. Efek Samping Kosmetik dan Penanganannya bagi Kaum Perempuan. *Jurnal Keluarga Sehat Sejahtera* 15(30): 20-28.
- [7] Skoog, D.A., F. J Holler, S. R. Crouch. 2018. *Principles of Instrumental Analysis*. Seventh Edition. USA: Cengage Learning.
- [8] Anief, M.. 2000. *Ilmu Meracik Obat Teori dan Praktek*. Yogyakarta: Gajah Mada University Press.
- [9] Banerjee, K.. 2018. Cosmetics-Care, Concerns and Caution. *International Journal of Innovative Pharmaceutical Sciences and Research*, Vol. 6(1): 14-31.
- [10] Gandjar, I. G., dan A. Rohman. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Putaka Pelajar.
- [11] Puspaningdy, Y. C.. 2016. Pengembangan Metode Analisis Metil Paraben dan Propil Paraben pada Sediaan Hand Body Lotion secara Simultan dengan Spektrofotometri UV/VIS. *Skripsi*. Universitas Islam Indonesia.
- [12] Sudjadi. 1985. *Penentuan Struktur Senyawa Organik*. Jakarta: Ghalia.

- [13] Wulandari, L., Y. Retnaningtyas, D. Mustafidah. 2013. Pengembangan dan Validasi Metode Kromatografi Lapis Tipis Densitometri untuk Penetapan Kadar Teofilin dan Efedrin Hidroklorida secara Simultan pada Sediaan Tablet. *JKTI*, Vol. 15(1): 15-21.
- [14] Harmita. 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*. Vol 1. No 3.
- [15] BPOM. 2015. *Persyaratan Teknis Bahan Kosmetika*. Jakarta: Badan Pengawas Obat dan Makanan
- [16] Moffat, A.C., M.D. Osselton, B. Widdop. 2011. *Clarke's Analysis of Drugs and Poisons*. Fourth Edition. London: Pharmaceutical Press
- [17] Swartz, M. E. dan I. S. Krull. 1997. *Analytical Method Development and Validation*. USA: CRC Press.
- [18] Casoni, D., Tuhuti, I. A., Sarbu, C. 2011. Simultaneous Determinations of Paraben in Pharmaceutical Preparation Using High-Performance Thin-Layer Chromatography and Image Anlysis. *Journal of Liquid Chromatography & Related Technologies*. Romania: Faculty of Chemistry and Chemical Engineering.