

ANALISIS KADAR METILPARABEN PADA KRIM WAJAH YANG BEREDAR DI KABUPATEN PEKALONGAN DENGAN METODE *HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY* (HPLC)

Mujtahida Rokhaitun Nikmah, Khusna Santika Rahmasari*, Wirasti, Slamet

Program Studi Sarjana Farmasi, Fakultas Ilmu kesehatan, Universitas Muhammadiyah Pekajangan Pekalongan, Jl. Ambokembang No. 8 Kedungwuni, Kabupaten Pekalongan, Indonesia

*Email : khusnasantika@gmail.com

ABSTRAK

Metilparaben adalah zat pengawet yang sering ditambahkan dalam sediaan kosmetik. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk menganalisis kandungan metilparaben dalam sampel krim wajah, dan untuk mengetahui apakah kadar metilparaben dalam sampel tidak sesuai dengan Peraturan BPOM No. 23 Tahun 2019 yaitu sebesar 0,4-0,8 %. Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah krim wajah yang beredar di Kabupaten Pekalongan. Pengujian secara kualitatif menggunakan metode Kromatografi Lapis Tipis (KLT), fase gerak yang digunakan yaitu kloroform dan metanol (9:1). Pengujian secara kuantitatif menggunakan metode *High Performance Liquid Chromatography* (HPLC) dengan fase gerak metanol dan aquabides (6:4). Hasil yang diperoleh pada KLT yaitu nilai Rf sampel tidak jauh berbeda dengan nilai Rf standar, nilai Rf standar sebesar 0,60. Dari 10 sampel yang dianalisis yaitu muncul 8 bercak pada sampel 1, 2, 3, 4, 5, 6, 8, dan 10 dengan nilai Rf berturut-turut yaitu sebesar 0,58; 0,57; 0,58; 0,57; 0,57; 0,57; 0,58; dan 0,60. Pada analisis HPLC diperoleh kadar sampel yaitu pada sampel 1, 2, 3, 4, 5, 6, 8, dan 10 secara berturut-turut sebesar 0,33%; 0,30%; 1,21%; 0,29%; 0,52%; 0,44%; 0,41% dan 1,14%. Hasil dari analisis HPLC yang memenuhi persyaratan yaitu sampel 1, 2, 4, 5, 6, dan 8, sedangkan sampel yang tidak memenuhi persyaratan yaitu sampel 3 dan 10.

Kata Kunci: analisis, pengawet, metilparaben, KLT, HPLC

ABSTRACT

Methylparaben is a preservative that is often added in cosmetic preparations. The purpose of this study was to analyze the methylparaben content in the face cream samples, and to determine whether the methylparaben levels in the samples were not in accordance with BPOM Regulation No. 23 of 2019 which is 0.4-0.8%. The sample used in this study is a facial cream circulating in Pekalongan Regency. Qualitative testing using Thin Layer Chromatography (TLC), the mobile phases used were chloroform and methanol (9:1). Quantitative testing used the High Performance Liquid Chromatography (HPLC) method with methanol and aquabides as mobile phases (6:4). The results obtained in TLC are the sample Rf value is not much different from the standard Rf value, the standard Rf value is 0.60. Of the 10 samples analyzed, 8 spots appeared on samples 1, 2, 3, 4, 5, 6, 8, and 10 with an Rf value of 0.58, respectively; 0.57; 0.58; 0.57; 0.57; 0.57; 0.58; and 0.60. In HPLC analysis, it was obtained that the sample levels in samples 1, 2, 3, 4, 5, 6, 8, and 10 were 0.33%, respectively; 0.30%; 1.21%; 0.29%; 0.52%; 0.44%; 0.41% and 1.14%. The results of the HPLC analysis that meet the requirements are samples 1, 2, 4, 5, 6, and 8, while the samples that do not meet the requirements are samples 3 and 10.

Keyword: *analisi, preservative, methylparaben, KLT, HPLC*

1. PENDAHULUAN

Bentuk sediaan kosmetik yang banyak diminati adalah krim wajah. Krim merupakan produk kosmetik yang mudah dan praktis dalam penggunaannya. Definisi dari krim sendiri adalah sediaan setengah padat yang mengandung satu bahan obat atau lebih yang terdispersi dalam bahan dasar yang sesuai (Yumas, 2016).

Formula yang digunakan untuk pembuatan krim wajah tidak lepas dari bahan pengawet. Penambahan bahan pengawet bertujuan untuk mencegah terjadinya kerusakan pada krim yang disebabkan adanya mikroorganisme. Pengawet yang banyak ditambahkan dalam formulasi krim adalah pengawet jenis paraben, yang memiliki fungsi sebagai antibakteri dan antifungi yang efektif (Dhurhania, 2012).

Pengawet metilparaben merupakan senyawa yang digunakan sebagai antibakteri dalam kosmetik. Penggunaan pengawet metilparaben diatur oleh Badan Pengawas Obat Dan Makanan, yaitu sebesar 0,4 % untuk penggunaan tunggal, dan 0,8 % untuk penggunaan campuran. Pengujian terhadap kadar paraben dalam kosmetik perlu dilakukan karena pengawet jenis metilparaben dapat menimbulkan reaksi alergi terhadap kulit (Tjiang dkk., 2019). Efek samping yang terjadi karena penggunaan pengawet metilparaben dalam jangka panjang antara lain iritasi,

dapat menimbulkan reaksi alergi dan inflamasi, menimbulkan lesi kulit hingga dermatitis. Bagi konsumen dengan jenis kulit normal, pengawet

metilparaben tidak menimbulkan alergi, tetapi kasus alergi pengawet metilparaben sudah banyak terjadi. Penelitian sebelumnya menunjukkan pengawet metilparaben yang terkandung dalam kosmetik dapat berinteraksi dengan UV-B, mengakibatkan penuaan kulit dan kerusakan DNA (Mandasari dkk., 2016).

Berdasarkan informasi tersebut maka perlu diadakan penelitian lebih lanjut untuk menentukan kadar metilparaben pada sediaan krim wajah. Penulis memutuskan untuk mengambil judul penelitian “Analisis Kadar Metilparaben pada Krim Wajah yang Beredar di Kabupaten Pekalongan Menggunakan Metode High Performance Liquid Chromatography (HPLC)”.

2. METODE PENELITIAN

2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah spektrofotometer UV-Vis (Shimadzu UV-Vis 1280), seperangkat alat HPLC (Shimadzu) fase terbalik dengan detektor UV, kolom C18 (YMC Triart), kuvet (Shimadzu), timbangan analitik (Ohaus), mikrofilter 0,45 μm , mikrofilter 0,22 μm , mikropipet, *blue tip* dan *yellow tip* (lokal), kertas saring, bejana elusi, lempeng silika gel 60 F254 (merck), alat-alat gelas (pyrex).

2.2. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah metilparaben p.a, kloroform p.a, HCl teknis, etanol 96% teknis, methanol for HPLC dan 10 sampel krim wajah anti acne yang beredar di Kabupaten Pekalongan

Analisis kualitatif :

1. Uji Kualitatif

a. Kromatografi Lapis Tipis

Ditimbang seksama sampel 1 gram dimasukan dalam gelas beker, dilarutkan dalam 10 mL etanol 96%. Disaring menggunakan kertas saring, didapatkan hasil berupa filtrat (Mandasari dkk, 2016).

Pengujian dengan KLT menggunakan fase gerak kloroform dan metanol (9:1) sedangkan fase diam berupa lempeng silica gel 60F 254. Larutan uji ditotolkan secara terpisah dan totolkan juga larutan pembanding metilparaben. Lempeng KLT tersebut dimasukan kedalam bejana yang sudah dijenuhkan, dibiarkan fase bergerak naik sampai mendeteksi batas elusi, lempeng KLT diangkat dan dibiakan kering. Diamati dibawah sinar UV 254 nm, hasil positif apabila berfluoresensi memberikan bercak berwarna gelap (Mandasari dkk, 2016).

2. Uji Kuantitatif

a. Penyiapan fase gerak dan sampel

Fase gerak yang digunakan berupa campuran metanol dan aquabides (6:4). Penyiapan sampel dengan melarutkan masing-masing sampel dengan 1 mL HCl 5N dan 2 mL metanol, diaduk hingga homogen, masukkan dalam labu ukur 10 mL dan ditambahkan metanol hingga tanda batas, disaring, di sonikasi selama 20 menit dan di analisis dengan HPLC.

b. Pembuatan larutan baku dan larutan seri konsentrasi metilparaben

Ditimbang seksama sebanyak 10 mg baku

pembanding metilparaben, masukan dalam gelas ukur 10 mL, dilarutkan dalam metanol sebanyak 10 mL, kocok hingga larut. Diambil sesuai seri konsentrasi yaitu larutan standar dengan konsentrasi 10 µg/mL, 25 µg/mL, 50 µg/mL, 100 µg/mL dan 150 µg/mL diencerkan dengan metanol hingga 10 mL. Kemudian disaring menggunakan kertas saring, hasil filtrat dilakukan penyaringan dengan mikrofilter (Dhurhanian, 2012).

c. Panjang gelombang asam metilparaben

Perlakuan yang dilakukan dengan mengukur serapan metilparaben menggunakan salah satu seri konsentrasi yang dipilih dan dilakukan analisa dengan spektrofotometer UV-Vis pada rentang panjang gelombang 200–400 nm, kemudian tentukan panjang gelombang maksimal untuk pembacaan serapan asam salisilat.

d. Pengamatan waktu retensi

Pengamatan waktu retensi dilakukan dengan cara larutan baku metilparaben diinjeksikan pada HPLC dengan volume injeksi 20 µL dan kecepatan alir fase gerak 1,2 mL/menit yang sebelumnya sudah disaring terlebih dahulu menggunakan mikrofilter dan disonikator selama 20 menit (Dhurhanian, 2012).

e. Penetapan kadar

Analisis kadar pengawet metilparaben dilakukan dengan menyiapkan sampel yang telah dipreparasi diinjeksikan sejumlah 20 µL dengan fase

gerak campuran pelarut metanol for HPLC dan aquabides (6:4) dan kecepatan alir fase gerak 1,2 mL/menit. Diperoleh hasil berupa kromatogram yang telah dilakukan replikasi tiga kali. Kromatogram tersebut diperoleh nilai AUC (Area Under Curve) yang dapat dimasukkan dalam perhitungan persamaan regresi linier sehingga diperoleh kadar masing-masing sampel (Dhurhania, 2012)

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Analisis kualitatif

1. Kromatografi Lapis Tipis

Hasil berupa pemisahan berdasarkan perbedaan kepolaran antara sampel dengan eluen yang digunakan. Hasil sampel KLT dapat dilihat pada Tabel 4.2

Tabel 1, Hasil sampel dengan KLT

Sampel	Tinggi Bercak (cm)	Rf
Metilparaben	4,8	0,60
1	4,7	0,58
2	4,6	0,57
3	4,7	0,58
4	4,6	0,57
5	4,6	0,57
6	4,6	0,57
7	2,3	0,28
8	4,7	0,58
9	0	0
10	4,8	0,60

Berdasarkan Tabel 1. diketahui bahwa dalam 10 sampel yang dianalisis dengan kromatografi lapis tipis pada sinar UV 254 nm akan menunjukkan lempeng berfluoresensi dan sampel akan tampak berwarna gelap sedangkan pada sinar UV 366 nm lempeng akan berwarna gelap dan bercak berfluoresensi (Mandasarii dkk., 2016). 10 sampel tersebut terdapat 8 sampel yakni sampel 1, 2, 3, 4, 5, 6, 8 dan 10 yang positif mengandung metilparaben ditandai dengan nilai Rf pada sampel tidak jauh berbeda dari nilai baku standar metilparaben yaitu 0,60 sedangkan pada sampel 1, 2, 3, 4, 5, 6, 8 dan 10 secara berturut-turut adalah 0,60; 0,58; 0,57; 0,58; 0,57; 0,57; 0,57; 0,58 dan 0,60, sedangkan pada sampel 7 dan 9 diperoleh nilai Rf 0,28 dan 0 dikarenakan pada sampel 9 tidak timbul bercak. Hal tersebut menandakan bahwa kedua sampel tersebut tidak mengandung metilparaben karena nilai Rf yang terlalu jauh dari rentang Rf sampel dan tidak menunjukkan bercak.

B. Analisis Kuantitatif

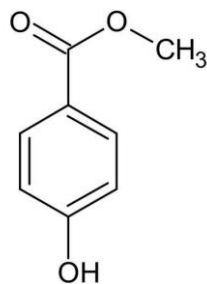
1. High Performance Liquid Chromatography (HPLC)

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah produk krim wajah yang diperoleh di Kabupaten Pekalongan. Sampel yang digunakan sejumlah 8 sampel krim wajah yang positif mengandung metilparaben yang sebelumnya sudah dilakukan analisis kualitatif menggunakan kromatografi lapis tipis sebagai uji awal identifikasi kandungan metilparaben.

2. Panjang gelombang maksimal metilparaben

Analisis sampel menggunakan HPLC diperlukan

suatu panjang gelombang maksimal untuk pembacaan serapan asam salisilat pada sistem HPLC. Komponen HPLC yang digunakan untuk mendeteksi adalah detektor UV, sehingga panjang gelombang dalam penelitian ini dideteksi menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Senyawa yang akan dianalisis harus memiliki gugus kromofor dan aoksokrom agar dapat dibaca serapannya dari spektrofotometri UV-Vis. Hal tersebut dikarenakan kedua gugus tersebut dapat bertanggungjawab dalam penyerapan radiasi ultra violet. Senyawa metilparaben memiliki gugus kromofor dan aoksokrom yang dapat bertanggungjawab dalam penyerapan ultra violet

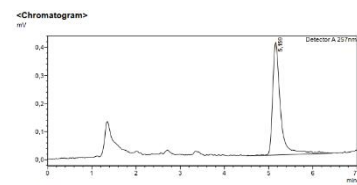


Gambar 1. Struktur Kimia Metilparaben

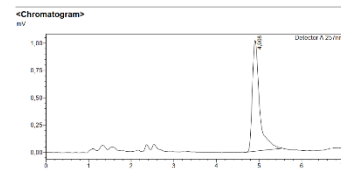
Panjang gelombang yang dihasilkan diperoleh dari standar metilparaben seri konsentrasi 10 µg/mL. Konsentrasi tersebut dipilih karena dapat memberikan puncak panjang gelombang maksimal. Pembacaan dilakukan dengan spektrofotometer UV diperoleh panjang gelombang maksimal sebesar 257 nm. Panjang gelombang tersebut sesuai dengan teori yaitu panjang gelombang metilparaben sebesar 256,5 nm (Dhurhanian, 2012).

3. Waktu retensi

Sistem HPLC dapat digunakan untuk analisis kualitatif berdasarkan pada perbandingan waktu retensi dalam kondisi kromatografi yang sama antara waktu retensi standar asam salisilat dengan waktu retensi sampel yang digunakan (Dhurhanian, 2012).



Gambar 2. Kromatogram metilparaben



Gambar 3. Kromatogram sampel

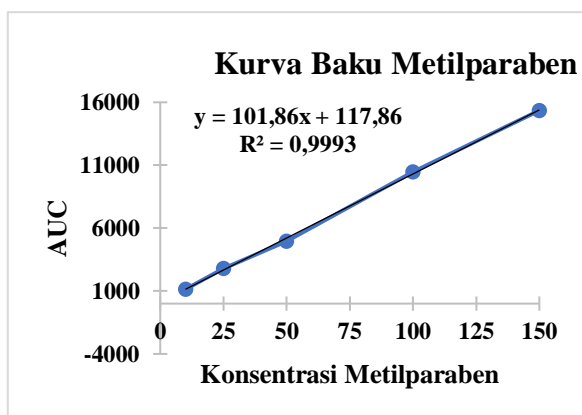
Berdasarkan data waktu retensi standar dan masing-masing sampel yang diperoleh menunjukkan bahwa peak kromatogram yang muncul memiliki waktu retensi yang sama. Pembentukan puncak pada standar metilparaben pada waktu retensi 5,159 menit dan waktu retensi sampel yakni 5,128 menit.

4. Kurva baku metilparaben

Kurva baku metilparaben diperoleh dari hubungan antara konsentrasi metilparaben yang dianalisis dengan nilai AUC (*Area Under Curve*) yang dihasilkan sehingga diperoleh persamaan regresi linier untuk digunakan dalam melakukan perhitungan kadar masing-masing sampel yang dianalisis. Kurva baku dikatakan

baik apabila hasil yang diperoleh linier, parameter linieritas dari kurva baku ditentukan dengan adanya nilai koefisien korelasi (R) yang diperoleh yaitu $\geq 0,99$ (Dhurhanian, 2012).

Berdasarkan hasil data kurva baku metilparaben telah menunjukkan bahwa nilai koefisien korelasi adalah 0,9993. Persamaan regresi linier yang diperoleh adalah $y=101,86x - 117,86$. Kurva hubungan antara AUC masing-masing seri konsentrasi metilparaben dengan seri konsentrasi metilparaben dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Kurva Hubungan Konsentrasi Baku Metilparaben dengan AUC masing-masing seri konsentrasi larutan baku metilparaben

5. Penetapan kadar

Analisis kuantitatif pada metilparaben menggunakan *High Performance Liquid Chromatography* (HPLC), fase yang digunakan adalah fase terbalik dengan fase gerak berupa metanol dan aquabidest (6:4) dan fase diam yaitu kolom C_{18} . Kecepatan alir yang digunakan adalah 1,2 mL/menit dengan volume injeksi 20 μ L pada detektor UV 257 nm. Jumlah sampel yang

digunakan sebanyak 8 sampel yang sebelumnya sudah dilakukan pengujian kualitatif terbukti mengandung asam salisilat dan dilakukan replikasi sebanyak 3 kali untuk masing-masing sampel. Hasil yang diperoleh dari sistem HPLC berupa kromatogram. Berdasarkan nilai AUC yang diperoleh dapat dilakukan perhitungan kadar metilparaben yang terdapat dalam sampel. Perhitungan kadar metilparaben berdasarkan persamaan regresi linier dari kurva baku yang diperoleh. Hasil analisis kadar metilparaben dalam masing-masing sampel dapat dilihat pada tabel 2.

Tabel 2. Analisis kadar metilparaben

Sampel	Rata-rata persen bobot @ sediaan (%)	SD
1	0,03	0,0008
2	0,03	0,001
3	0,12	0,001
4	0,02	0,03
5	0,05	0,052
6	0,04	0,002
8	0,02	0,002
10	0,11	0,006

Berdasarkan tersebut dapat diketahui bahwa, kadar metilparaben yang dihitung kadar maksimal pemakaian kosmetik siap pakai pada sediaan krim di hitung dari jumlah total berat sediaan diperoleh sampel 1, 2, 4, 5,

6 dan 8 memiliki kadar yang dapat diterima karena telah memenuhi persyaratan pemakaian yaitu tidak melebihi batas yang diizinkan, sedangkan pada sampel 3 dan 10 tidak memenuhi persyaratan karena melebihi batas pemakaian hal tersebut berdasarkan peraturan BPOM No. 23 tahun 2019 mengenai batas kadar maksimum metilparaben dalam sediaan krim yakni 0,4-0,8% dihitung dari jumlah total berat sediaan tersebut (BPOM RI, 2019).

Berdasarkan data kadar metilparaben yang telah diperoleh menunjukkan dalam sampel menghasilkan kadar metilparaben yang berbeda-beda tiap replikasinya, sehingga nilai CV masing-masing sampel yang dihasilkan tidak terdapat nilai CV yang melebihi 15%. Kriteria dalam penerimaan nilai CV adalah <15% yang terbagi berdasarkan konsentrasi. Nilai standar deviasi pada Tabel 2. menunjukkan <20%. Nilai tersebut memenuhi syarat dimana nilai standar deviasi harus <20% yang menunjukkan sistem operasional alat dan analisis memiliki respon yang baik dan konstan (Yusransyah dkk., 2014).

SIMPULAN

Berdasarkan dari hasil penelitian yang telah dilakukan menunjukkan bahwa:

1. Analisis secara kualitatif diperoleh 8 sampel yang positif mengandung metilparaben
2. Kadar metilparaben yang diperoleh terdapat 2 sampel yang tidak memenuhi persyaratan peraturan BPOM RI No. 23 tahun 2019 yakni pada sampel 3 adalah 1,21% dan sampel 10 adalah 1,14%

SARAN

Disarankan bagi masyarakat agar lebih berhati-hati dalam memilih produk kosmetik terutama pada sediaan krim wajah, lebih memperhatikan lagi komposisi bahan yang terkandung dalam krim wajah yaitu kadar metilparaben yang tidak boleh lebih dari 0,4-0,8%. Bagi peneliti selanjutnya, dapat meneliti mengenai bahan pengawet lainnya yang terkandung dalam kosmetika.

DAFTAR PUSTAKA

BPOM RI, (2019). *Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan No.23 Tentang Persyaratan Teknis Kosmetika*, Indonesia.

Dhurhanian, C.E., (2012). Penetapan Kadar Metilparaben dan Propilparaben Dalam *Hand And Body Lotion* Secara High Performance Liquid Chromatography, *Journal Of Pharmacy*, 1(1). 38-47.

Mandasari, V., Syariful Anam., Yonelian Y. (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.

Nofita., Ulfa Ade Maria. (2017). Penetapan Kadar Nipagin (*Methyl Paraben*) Pada Sediaan Pelembab Wajah Secara Kromatografi Lapis Tipis dan Spektrofotometri UV-Vis. *Jurnal Analis Farmasi*. 2(3). 181-187.

Oktaviantari, D. E., Niken Felandita., Risna Agustin., (2019). Identifikasi Hidrokuinon Dalam Sabun Pemutih Pembersih Wajah Pada Tiga Klinik Kecantikan Di Bandar Lampung Dengan Metode Kromatografi Lapis Tipis Dan

Spektrofotometri Uv-Vis. *Jurnal Analis Farmasi*.(4)2. 91-97.

Rasyid, N. Q., Muawwanah, Rahmawati. (2017). Konsentrasi Pengawet Paraben Pada Produk Perawatan Tubuh, *Prosiding Seminar Hasil Penelitian (SNP2M)*, 3(2). 83-86.

Susanti, H.E., Ade Maria Ulfa, Robby C.P. (2018). Penetapan Kadar Nipagin (*Methylparaben*) Pada Sabun Mandi Cair Secara Spektrofotometri Uv-vis, *Jurnal Farmasi Malahayati*, 1(1). 31-36.

Tjiang, W.M., Ni Putu D.K., Putu Agus A.P. (2019). Analisis Kualitatif Kandungan Paraben Dalam Kosmetik *Hand And Body Lotion*, *Indonesian Journal of Legal and Forensic Science*, 9(2). 89-96.

Yumas, M. (2016). Formulasi Sediaan Krim Wajah Berbahan Aktif Ekstra Metanol Biji Kakao Non Fermentasi (*Theobroma Cacao L*) Kombinasi Madu Lebah, *Jurnal Industri Hasil Perkebunan*, 11(2). 75.