

ANALISIS KADAR METILPARABEN DAN PROPILPARABEN DALAM TONER YANG DITOKO KOSMETIK SECARA KCKT

¹ Zenich Mutiah Febriyanti*, ²Nurriszka Kurniawati, ³Kuncara Natawaskita

^{1,2,3}Program Studi S1 Farmasi, STIKES Bhakti Husada Mulia Madiun,

¹zenichsaja@gmail.com*, ²nurriszkak@gmail.com, ³kuncara_natawaskita@gmail.com

*Penulis Korespondensi

ABSTRAK

Metilparaben dan propil paraben merupakan bahan antibakteri dan antifungi yang banyak digunakan dalam produk kecantikan, salah satunya toner. Keputusan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan (BPOM) tentang kosmetik bahwa batas maksimum kadar metilparaben dan propilparaben adalah 0,4% sebagai pengawet tunggal dan 0,8% sebagai pengawet campuran. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui kadar metilparaben dan propilparaben dalam toner. Metode yang digunakan adalah KCKT. Sebanyak 3 sampel toner yang berada di beberapa toko kosmetik dipilih berdasarkan hasil uji kualitatif (uji warna) dengan $FeCl_3$ dan $AgNO_3$, diberi label B, C, dan D, dilakukan pada metode KCKT. Hasil yang diperoleh pada metode KCKT dengan menggunakan panjang maksimum 257nm, laju alir 1ml/menit, volume injeksi 20 μ L, fase diam C18 dan fase gerak metanol:water for injection (40:60) didapatkan pemisahan yang selektifitas dan tidak tumpang tindih. Kadar yang diperoleh sampel B metilparaben 2,5%, sampel c metilparaben 3,7% propilparaben 1,0%, dan sampel D metil paraben 3,4%, propilparaben 4,7%. Kesimpulan pada penelitian ini bahwa dari 3 sampel tersebut memiliki kadar yang melebihi batas maksimum yang ditentukan oleh BPOM.

Kata Kunci : Metilparaben, Propilparaben, Toner, KCKT

ABSTRACT

Methylparaben and propylparaben are antibacterial and antifungal ingredients widely used in beauty products, one of which is toner. The decision of the Head of the Food and Drug Supervisory Agency (BPOM) regarding cosmetics states that the maximum limit for methylparaben and propylparaben levels is 0.4% as a single preservative and 0.8% as a mixed preservative. This research was conducted to determine the levels of methylparaben and propylparaben in toner. The method used is HPLC. A total of 3 toner samples located in several cosmetic shops were selected based on the results of qualitative tests (color tests) with $FeCl_3$ and $AgNO_3$, labeled B, C, and D, carried out using the HPLC method. The results obtained using the HPLC method using a maximum length of 257nm, flow rate of 1ml/minute, injection volume of 20 μ L, stationary phase C18, and mobile phase methanol: water for injection (40:60) obtained selectivity and non-overlapping separation. The levels obtained for sample B methylparaben were 2.5%, sample C methylparaben 3.7% propylparaben 1.0%, and sample D methylparaben 3.4%, propylparaben 4.7%. This study concluded that the 3 samples had levels exceeding the maximum limit BPOM determined.

Keyword : Methylparaben, Propylparaben, Toner, HPLC

PENDAHULUAN

Kosmetika merupakan bahan atau sediaan yang digunakan di luar tubuh manusia, antara lain untuk membersihkan, mengharumkan, mengubah penampilan, menghilangkan bau badan, melindungi atau memelihara kondisi tubuh (BPOM, 2019). Kosmetik dimaksudkan untuk menjaga kesehatan tubuh atau meningkatkan kecantikan kulit. Salah satunya adalah penggunaan produk perawatan kulit yaitu produk kosmetik yang tujuannya untuk melembabkan, menghaluskan, membersihkan, melindungi dan menutrisi kulit. Ada berbagai jenis produk perawatan kulit, termasuk pembersih wajah, pelembab, tabir surya, krim mata, dan toner wajah. Mengingat bahan dasar yang digunakan dalam toner yang rentang terhadap pertumbuhan mikroba, Maka sangat diperlukan bahan tambahan pengawet (Simorangkir *et al.*, 2023)

Bahan pengawet yang biasa digunakan dalam toner wajah merupakan bahan pengawet bebas paraben seperti metilparaben dan propilparaben. Metilparaben dan propilparaben berperan sebagai antibakteri dan antijamur yang efektif. Namun pengawet paraben juga memiliki efek samping yang tidak diinginkan, yaitu dapat menyebabkan reaksi alergi, iritasi, kerusakan kulit, dermatitis, bahkan kanker bila digunakan dalam jumlah melebihi jumlah maksimum yang ditentukan (Ambarak 2019). Paraben dapat meningkatkan risiko kanker payudara pada wanita dan mempengaruhi fungsi reproduksi karena paraben memiliki struktur yang mirip dengan hormon 17β -estradiol sehingga dapat merangsang respon estrogen pada tubuh (Ara *et al.*, 2020).

Badan Pengawas Obat dan Makanan (BPOM) telah mengeluarkan peraturan BPOM No. 23 Tahun 2019 tentang Persyaratan Teknis Bahan Kosmetik, yang menjelaskan bahwa penggunaan metilparaben dan propilparaben sebagai bahan pengawet pada sediaan kosmetik dibatasi sebesar 0,4% untuk sekali pakai dan 0,8% untuk penggunaan campuran/gabungan (BPOM, 2019). Masih terdapat produk toner di masyarakat yang belum mendapat registrasi BPOM. Oleh karena itu, kandungan paraben yang digunakan pada produk belum dipastikan memenuhi persyaratan. Oleh karena itu penting untuk mengetahui kandungan paraben pada kosmetik (Simorangkir *et al.*, 2023).

Beberapa metode yang dapat digunakan untuk menentukan kadar metilparaben dan propilparaben antara lain pengukuran volumetrik, spektrofotometri, dan kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT). Metode KCKT mempunyai sensitivitas dan selektivitas yang baik dibandingkan dengan metode volumetrik dan spektrofotometri. Selain itu, metode KCKT dapat digunakan untuk menganalisis multikomponen karena memungkinkan pemisahan dan identifikasi senyawa dalam sampel yang merupakan campuran. Oleh karena itu, metode KCKT merupakan metode yang paling cocok untuk penentuan metil paraben dan propil paraben pada toner. Namun masih belum diketahui apakah metode KCKT mempunyai validitas yang baik jika digunakan untuk penentuan metilparaben dan propilparaben pada toner wajah. Oleh karena itu, penelitian ini dapat mengetahui kadar metilparaben dan propilparaben pada toner dengan menggunakan metode KCKT (Dhurhania, 2019).

Berdasarkan beberapa penelitian sebelumnya, yang dilakukan oleh C.E.,Dhurhani (2019) bahwa pengawet metilparaben dan propilparaben dalam kosmetik *hand and body lotion* dengan metode HPLC yang menggunakan 3 merk *hand and body lotion* dinyatakan masih memenuhi persyaratan yang ditentukan oleh Badan BPOM. Kemudian telah dilakukan penelitian oleh Mujtahida Rokhaitun Nikmah,*et al.*,(2021) dengan penelitian kadar metilparaben pada sediaan krim wajah, berdasarkan penetapan kadar metilparaben yang dilakukan dengan uji kualitatif menghasilkan 8 sampel yang positif mengandung pengawet metilparaben dan uji kuantitatif menghasilkan 2 sampel yang batas kadarnya melebihi persyaratan BPOM.

Berdasarkan uraian di atas, peneliti tertarik untuk menganalisis metilparaben dan propilparaben pada toner yang dijual ditoko kosmetik dikota ngawi menggunakan KCKT (Kromatografi Cair Kinerja Tinggi). Untuk mengetahui keberadaan metil paraben dan propil paraben pada toner serta mengetahui kadar metil paraben dan propil paraben dalam toner tersebut.

METODE

Pada penelitian analisis kadar metil paraben dan propil paraben pada toner wajah yang dijual ditoko kosmetik kota Ngawi dilakukan secara eksperimental dan menggunakan metode kualitatif dengan uji warna dan metode uji kuantitatif dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi.

Alat dan Bahan

yang digunakan Kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT) (Shimadzu) yang dilengkapi dengan detektor UV, kolom C18 (Shimadzu) dengan diameter dalam 0,25-0,33 dan diameter luar 1,6 mm ukuran 150×4,6 mmdl, timbangan analitik (Sartorius-Enteris), beaker glass (Duran), corong pisah (Pyrex), labu ukur (Iwaki), microtube, milipore, penyaring *sring*, pompa vakum, batang pengaduk, pipet tetes, micro pipet, pipet ukur (Pyrex), pump, gelas ukur (Iwaki). Adapun bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Toner, Standar Metil paraben p.a dan Propil paraben p.a, aqua for injection, metanol.

Prosedur Penelitian

Analisis Kualitatif Uji Warna

Analisis metil paraben dilakukan dengan uji warna dapat dilakukan mengukur sampel 1 ml lalu masukkan ke dalam tabung reaksi setelah itu tetesi 2-3 AgNO₃ hasil positif ditandai adanya endapan dan perubahan warna menjadi keruh dan propil paraben dilakukan dengan ditetesi 2-3 FeCl₃ jika positif propil paraben akan ditandai dengan warna kuning kehitaman (Rasyid & Muawanah, 2016).

Analisis Kuantitatif Metode KCKT (Kromatografi Cair Kinerja Tinggi)

a. Penyiapan Sampel

Menimbang sampel sebanyak 1 mL, kemudian diaduk hingga homogen. Kemudian tuang ke dalam labu ukur 50 mL encerkan dengan metanol hingga tanda. Saring menggunakan filtrate membran 0,45 µm kemudian kertas saring, hingga diperoleh larutan sampel yang jernih

b. Pembuatan Larutan Baku Metil Paraben Dan Propil Paraben

Menimbang metil paraben dan propil paraben dengan seksama 10ml, Saring menggunakan filtrate membran 0,45 kemudian masing-masing dilarutkan dengan metanol hingga diperoleh konsentrasi 100 µg/mL.

c. Penetapan Kondisi Optimum

Kondisi KCKT yang digunakan pada tahapan optimasi adalah kolom C18, ukuran partikel, laju alir 1 mL/menit, volume injeksi 20 µl, panjang gelombang maksimum 257nm dan fase gerak menggunakan metanol:aqua for injection (40:80).

d. Analisis Penetapan Kadar

Analisis hasil dilakukan dengan menghitung kadar metilparaben dan propilparaben dalam ketiga merk toner, dengan cara pengamatan waktu retensi senyawa baku dibandingkan dengan waktu retensi sampel, kemudian kadar yang diperoleh dihitung apakah kadar yang terdapat pada sampel tersebut sesuai dengan persyaratan yang ditentukan oleh BPOM.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Uji Kualitatif Perubahan Warna

Hasil total dari ke 5 sampel yang berbagai merk, hasil yang didapat dari uji kualitatif dengan melakukan uji warna. Pada tabel 1 dan 2 menunjukkan hasil identifikasi metilparaben dan propilparaben.

Tabel 1. Hasil Identifikasi metilparaben dengan reaksi warna (AgNO₃)

No.	Sampel	Keterangan
1	A	Negatif
2	B	Positif
3	C	Positif
4	D	Positif
5	E	Negatif

Tabel 2. Hasil Identifikasi propilparaben dengan reaksi warna (FeCl₃)

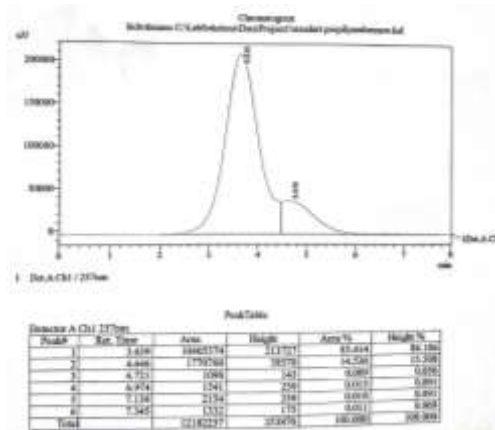
No.	Sampel	Keterangan
1	A	Negatif
2	B	Negatif
3	C	Positif
4	D	Positif
5	E	Negatif

Identifikasi metilparaben menunjukkan hasil positif jika sampel ditambahkan dengan AgNO₃ akan terbentuk endapan, endapan ini terbentuk karena Ag terikat pada gugus ester yang terdapat pada metil paraben. Sedangkan identifikasi propil paraben menunjukkan hal positif jika sampel ditambahkan dengan FeCl₃ akan berubah menjadi warna hitam kekuningan. Perubahan

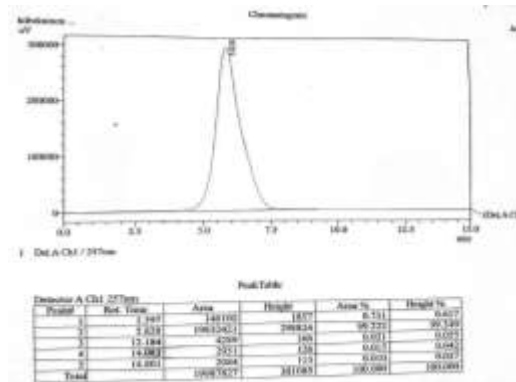
warna tersebut karena FeCl₃ turunan asam hidroksi benzoat dalam bentuk para karena gugus hidroksilnya, hal ini sesuai dengan penelitian oleh Rasyid & Muawanah (2016). Dari hasil identifikasi metilparaben dan propilparaben dari ke 5 sampel tersebut sampel B hanya mengandung metilparaben, sedangkan sampel C dan D mengandung metilparaben dan propilparaben.

Hasil Uji Kuantitatif KCKT

Pada analisis kadar metil paraben dan propil paraben dengan metode KCKT, yang menggunakan fase gerak metanol:aqua for injection (40:60) dengan kecepatan alir 1 ml/menit, volume injeksi 20 µL, panjang gelombang 257 nm, dan fase diam kolom C18, yang menghasilkan pemisahan yang selektifitas dan tidak tumpang tindih.



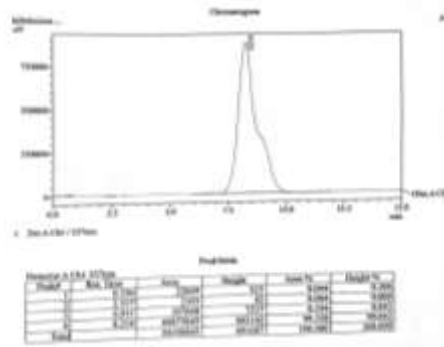
Gambar 1. Gambar Hasil Senyawa Baku Propilparaben



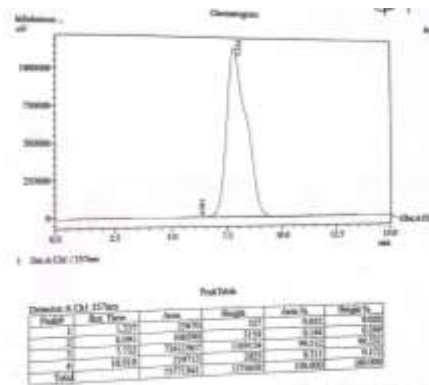
Gambar 2. Gambar Hasil Senyawa Baku Propilparaben

Gambar 1 dan 2 hasil dari senyawa baku propilparaben dan metilparaben yang diperoleh metilparaben 3,639 menit dan propilparaben 5,828 menit, dengan demikian waktu yang diperlukan lebih pendek/ kurang dari 10 menit hal ini sesuai dilakukan oleh penelitian sebelumnya (C.E. Dhurhania 2019).

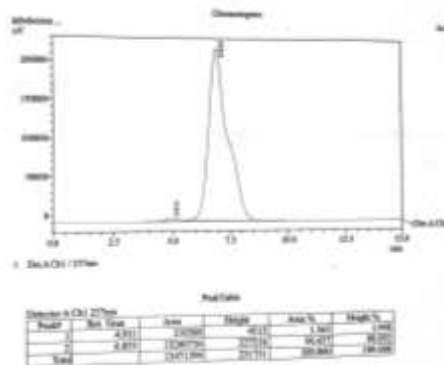
Selain pada senyawa baku kita perlu melakukan pada sampel dengan percobaan yang sama yang bertujuan untuk memastikan bahwa kondisi tersebut valid untuk dilakukan pemisahan dalam sampel yang ditunjukkan pada gambar 3, 4, dan 5 yang menunjukkan kondisi optimum tersebut dapat digunakan untuk memisahkan metilparaben dan propilparaben dari senyawa senyawa dari dalam sampel yang digunakan untuk penelitian ini.



Gambar 3. Hasil pemisahan pada sampel B



Gambar 4. Hasil pemisahan pada sampel C



Gambar 5. Hasil pemisahan pada sampel D

Dengan melakukan pengamatan waktu retensi antara sampel dan senyawa baku hasil yang diperoleh waktu retensi baku propiparaben 3,639 menit dan metilparaben 5,828, sedangkan sampel B metilparaben 8,214 menit, sampel C metilparaben 7,733 menit propilparaben 6,091 menit, dan sampel D metilparaben 6,835 menit, propilparaben 4,911 menit. Penetapan kadar pada metilparaben dan propilparaben dalam toner yang menggunakan metode KCKT menggunakan kondisi optimum yang sama, dengan cara membandingkan hasil luas area senyawa baku dan luas senyawa sampel.

Hasil kadar yang diperoleh pada sampel B yang hanya mengandung metilparaben 2,5%, sampel C metilparaben 3,7%, propilparaben 1,0%, dan sampel D 3,4%, propilparaben 4,7%. Dari penelitian ini dinyatakan kadar yang terdapat pada sampel toner yang mengandung metilparaben dan propilparaben tidak memenuhi persyaratan yang telah ditentukan oleh BPOM.

SIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan, maka dapat disimpulkan bahwa hasil uji kualitatif yang bertujuan untuk mengetahui ada dan tidaknya kandungan metilparaben dan propilparaben yang bahwa terdapat 3 sampel yang mengandung metilparaben dan propilparaben.

Hasil yang didapat pada uji kuantitatif yang menggunakan kondisi optimum kromatografi cair kinerja tinggi untuk analisis kadar metilparaben dan propilparaben yaitu pada laju alir 1 ml/menit, volume injeksi 20 μ L, panjang gelombang 257 nm dengan fase gerak methanol:water for injection (40:60), fase diam kolom C18, yang menghasilkan pemisahan yang selektifitas dan tidak tumpang tindih

Kadar metilparaben dan propilparaben yang terdapat pada sampel toner yang berada di toko kecantikan di kota ngawi untuk sampel B hanya mengandung metilparaben sebesar 2,5% , sampel C metilparaben 3,7% dan propilparaben 1,0% dan dimana sampel D memiliki kadar propilparaben 4,7% sedangkan metilparaben 3,4%. Pada penelitian kadar metilparaben dan propilparaben yang terdapat 3 sampel toner yang tidak memenuhi syarat.

DAFTAR PUSTAKA

- Ardianingsih, R. (2009). *Penggunaan High Performance Liquid Chromatography (Hplc) Dalam Proses Analisa Deteksi Ion*. *Jurnal LAPAN*, 10(4), 101–104.
- Ara, C., Butt, N., & Ali, S. (2020). *Abnormal Steroidogenesis , Oxidative Stress , and Reprotoxicity Following Prepubertal Exposure To Butylparaben In Mice And Protective Effect Of Curcuma Longa*. *Environmetal Science and Pollution Research*.
- BPOM. (2019). *Peraturan Badan Pengawas Obat dan Makanan Nomor 23 Tahun 2019 Tentang Persyaratan Teknis Bahan Kosmetik*. *Bpom Ri, 2010*, 1–258.
- Bhardwaj, S. K., Dwivedi, K., & Agarwal, D. D. (2015). *A Review: HPLC Method Development and Validation*. *International Journal of Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 5(4), 76–81.
- Dhurhania, C. E. (2019). *Penetapan Kadar Metilparaben dan Propilparaben dalam Hand and Body Lotion secara High Performance Liquid Chromatography*. *Jurnal Farmasi (Journal of Pharmacy)*, 1(1), 38.
- Gandjar, I. G., & Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Harmita. 2014. *Analisis Fisikokimia: Kromatografi*. Jakarta: EGC.
- Jang, D. et al. 2019. *Developing and Validating A Method For Separating Flavonoid Isomers In Common Buckwheat Sprouts Using HPLC-PDA Foods Vol (8)*, 6-7.
- Kalangi, S. J. R. (2014). *Histofisiologi Kulit*. *Jurnal Biomedik (Jbm)*, 5(3), 12–20.
- Kembaren, A., dan Harahap, T. 2014. *Validasi Metode Penentuan Sakarin Menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi*. *Jurnal Pendidikan Kimia*. 70-80.
- Murniati, Suhendra, D., Gunawan, E. R., Handayani, S. S., Kurniawati, L., dan Ayuliansari, Y. 2019. *Identifikasi dan Isolasi Asam Lemak Essensial Ekstrak Minyak Belut Menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi*. *Orbital Chemistry Journal*. 1(1): 12-19.
- Purdiyanti, Sari Prabandari, Susiyarti, D. A. (2023). *Pelatihan Pembuatan Toner Pembersih Wajah*. 7, 323–327.
- Rasyid, N. Q., & Muawanah, M. (2016). *Identifikasi Paraben Pada Produk Perawatan Tubuh*. *Jurnal Medika*, 1(2), 37–41.
- Rahmi S. 2017. *Identifikasi Senyawa Hidrokuinon dan Merkuri Pada Krim Kecantikan Yang Beredar Di Pasaran*. *Jurnal Penelitian Pendidikan MIPA*. Vol. 2 No. 1.
- Rohman, 2009. *Kromatografi Untuk Analisis Obat*. Graha Ilmu, Yogyakarta.
- Simorangkir, H. C., Bertha Rusdi, & Farendina Suarantika. (2023). *Analisis Pengawet Metilparaben dan Propilparaben pada Beberapa Sediaan Toner yang Beredar di Toko Online dengan Menggunakan Metode Spektrofotometri UV-Vis*. *Bandung Conference Series: Pharmacy*, 50–55.