

PENETAPAN KADAR OKTILMETOKSI SINAMAT DALAM KRIM TABIR SURYA MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI UV

Muhammad Nur Abdillah¹, Fuji Sunarti¹, Idar¹

¹Sekolah Tinggi Farmasi Bandung, Bandung, Indonesia

Email: muhammad.nurabdillah@stfb.ac.id

Abstrak

Sediaan krim tabir surya yang mengandung oktilmetoksi sinamat melindungi kulit dari sinar UV B. Berdasarkan *Food and Drug Administration* (FDA), konsentrasi maksimum oktilmetoksi sinamat yang diizinkan sebagai sediaan kosmetik tabir surya adalah 7,5%. Tujuan dari penelitian ini untuk mengetahui kadar oktilmetoksi sinamat dalam sampel sediaan krim tabir surya yang beredar di Kota Bandung. Penetapan kadar oktil metoksisinamat ini dilakukan menggunakan spektrofotometri UV dengan preparasi sampel menggunakan pelarut isopropanol dan diukur serapan maksimum pada panjang gelombang UV λ 310 nm. Ditentukan parameter linieritas dengan kurva kalibrasi menggunakan standar oktilmetoksi sinamat konsentrasi 7, 9, 11, 13, 15 dan 17 bpj menunjukkan persamaan linier $y = 0,040x + 0,063$ dengan $R^2 = 0,998$; dengan nilai BD = 0,3693 bpj; BK = 1,2311 bpj. Validasi metode analisis dengan sampel simulasi meliputi akurasi menunjukkan persen perolehan kembali untuk konsentrasi sampel simulasi 80%; 100% dan 120% masing-masing adalah 94,55%; 104,06%; 110,58%; presisi menunjukkan persen perolehan kembali pada pengukuran hari ke-1 hingga ke-3 adalah masing-masing 100,30%; 100,43%; 100,74%; Tiga buah sampel krim tabir surya yang diperoleh dari pasar sekitar Kota Bandung menunjukkan hasil penelitian: terdapat satu sampel krim yang mengandung oktilmetoksi sinamat melebihi konsentrasi yang ditetapkan yaitu sampel kode B sebesar 10,5% (b/b). Sampel kode A mengandung oktil metoksisinamat sebesar 3,9% (b/b), sedangkan sampel kode C sebesar 3,7% (b/b).

Kata kunci: krim tabir surya, oktilmetoksi sinamat, sinar UV, spektrofotometri UV

Abstract

Sunscreen cream that containing octylmethoxy cinnamate protects the skin from the danger exposure of UV B radiation. Food drug administration (FDA) permitted the maximum concentration of octylmethoxycinnamate in sunscreen cream is 7.5%. The purpose of this study was to determine the levels of octylmethoxy cinnamate in sunscreen cream samples collected from market around Bandung City. Octylmethoxy cinnamate assay was performed using UV spectrophotometry with sample preparation using isopropanol and detected at maximum absorption wavelength UV λ 310 nm. Linearity parameter was determine with calibration curve of standar octylmethoxy cinnamate at concentration 7, 9, 11, 13, 15, 17 ppm, shows linear equation $y = 0,040x + 0,063$ with $R^2 = 0,998$; with LOD = 0.3693 ppm; LOQ = 1.2311 ppm. Analytical method validation was done by simulation sample method including accuracy that shows recovery percentage for standar simulation sample concentration of 80%; 100% and 120% are 94.55%; 104.06%; 110.58% respectively; also precision that shows recovery percentage from day-1 to day-3 are 100.30%; 100.43%; 100.74%; respectively. The determination level for octylmethoxy cinnamate in three sunscreen cream that collected from market around Bandung City gave the result showed that one sunscreen cream sample level exceeded the permitted concentration with code B at 10.5% (w/w), the rest, concentration of code A sample was 3.9% (w/w) while code C sample was 3.7% (w/w).

Keywords: octylmethoxy cinnamate, sunscreen cream, UV B radiation, UV spectro-photometry

PENDAHULUAN

Sinar ultra violet (UV) yang dipancarkan oleh matahari terbagi menjadi tiga golongan, yaitu daerah UV A dengan rentang panjang gelombang λ 320-400 nm, daerah UV B pada rentang λ 290-320 nm dan daerah UV C pada rentang λ 100-290 nm. Pemaparan sinar matahari berlebihan dapat membahayakan kulit manusia, karena kerusakan kulit dapat terjadi segera setelah pemaparan, yaitu berupa eritema atau kulit terbakar yang merupakan gejala terjadinya degradasi sel dan jaringan. Kerusakan kulit yang terjadi pada pemaparan jangka panjang akan memberikan efek yang bersifat akumulatif, antara lain adalah penuaan dini kulit dan kemungkinan kanker kulit (Montenegro & Puglini, 2013).

Perlindungan kulit dari bahaya sinar UV yang ditimbulkan memerlukan suatu pelindung kulit seperti tabir surya (*sunscreen*) yang diformulasikan dalam sediaan kosmetik (Mitsui, 1997). Sediaan kosmetik tabir surya dapat dibuat dalam sediaan salep, gel, lotion, krim atau spray yang mengandung bahan aktif fotoprotektor dengan pemakaian diaplikasikan pada permukaan kulit. Bahan aktif fotoprotektor berfungsi untuk mencegah terjadinya kerusakan kulit karena sinar matahari dengan mekanisme penyebaran, pemantulan atau penyerapan sinar matahari yang akan mengenai kulit sehingga intensitas sinar yang mencapai kulit menjadi berkurang dan mengurangi tingkat bahayanya (Depkes RI, 1993; Draelos & Thaman, 2006; dan Zulkamain, dkk., 2013).

Bahan aktif tabir surya berupa tabir surya kimia dan tabir surya fisika. Tabir surya kimia dengan mekanisme menyerap energi radiasi, sedangkan tabir surya fisika melindungi secara fisika berupa memantulkan radiasi dan tidak tembus cahaya. Tabir surya kimia memiliki struktur senyawa yang memiliki gugus kromofor dan auksokrom seperti aromatis terkonjugasi dan gugus karbonil. Senyawa turunan sinamat dari bahan alam

memiliki struktur tersebut (Oroh dan Harun, 2001) seperti senyawa oktilmetoksi sinamat yang bekerja menyerap radiasi sinar UV terutama sinar UV B (Edlich, dkk., 2004). Senyawa oktilmetoksi sinamat memiliki efek negatif menyebabkan foto alergi dan foto dermatitis, sehingga ditetapkan konsentrasi maksimum oktilmetoksi sinamat yang diizinkan dalam sediaan krim tabir surya oleh *Food and Drug Administration* (FDA) adalah 7,5% (FDA, 2003). Metode analisis yang valid digunakan dalam pengawasan kualitas dan kepatuhan terhadap konsentrasi oktilmetoksi sinamat yang ditetapkan sebagai bahan aktif sediaan krim tabir surya. Metode analisis penentuan kadar oktilmetoksi sinamat dalam matriks sediaan krim dapat dilakukan menggunakan instrumen analisis spektrofotometer UV. Tujuan dari penelitian ini untuk menetapkan kadar oktilmetoksi sinamat dalam sampel sediaan krim tabir surya dalam kemasan yang telah beredar secara legal di pasaran Kota Bandung dengan spektrofotometri UV.

METODE PENELITIAN

Ditentukan panjang gelombang serapan maksimum untuk analisis oktilmetoksi sinamat pada spektrofotometri UV serta disiapkan larutan baku serta penentuan kurva kalibrasi analisisnya. Ditentukan parameter linieritas dengan kurva kalibrasi menggunakan standar oktilmetoksi sinamat konsentrasi 7, 9, 11, 13, 15 dan 17 μ g/ml serta nilai batas deteksi (BD) dan batas kuantitasi (BK). Validasi metode analisis parameter akurasi dan presisi dilakukan dengan metode sampel simulasi untuk melihat persen perolehan kembali pada sampel simulasi dengan standar oktilmetoksi sinamat. Perhitungan persen perolehan kembali untuk akurasi diperoleh dari pengukuran sampel sebanyak masing-masing tiga kali untuk tiap konsentrasi sampel simulasi 80%; 100%; 120% dan perhitungan presisi menunjukkan nilai $V_{x0} < 2$ dari pengukuran sebanyak enam kali untuk konsentrasi sampel simulasi 100% pada hari ke-1 hingga ke-3 (Harmita, 2004). Preparasi sampel untuk sampel simulasi dan sampel analisis sediaan krim kemasan yang diperoleh

dari pasaran dengan ditimbang 0,05 gram kemudian ditambahkan 10 mL isopropanol dan dikocok dengan alat vorteks selama 5 menit. Larutan disentrifuga selama 10 menit. Larutan bening hasil sentrifuga diambil dan dipindahkan ke dalam labu ukur 10 mL, ditambahkan pelarut isopropanol hingga tanda batas. Sampel yang sudah dipreparasi dipindahkan kedalam vial, diukur serapan maksimum sampel pada panjang gelombang λ 310 nm (Montenegro & Puglini, 2013).

HASIL DAN PEMBAHASAN

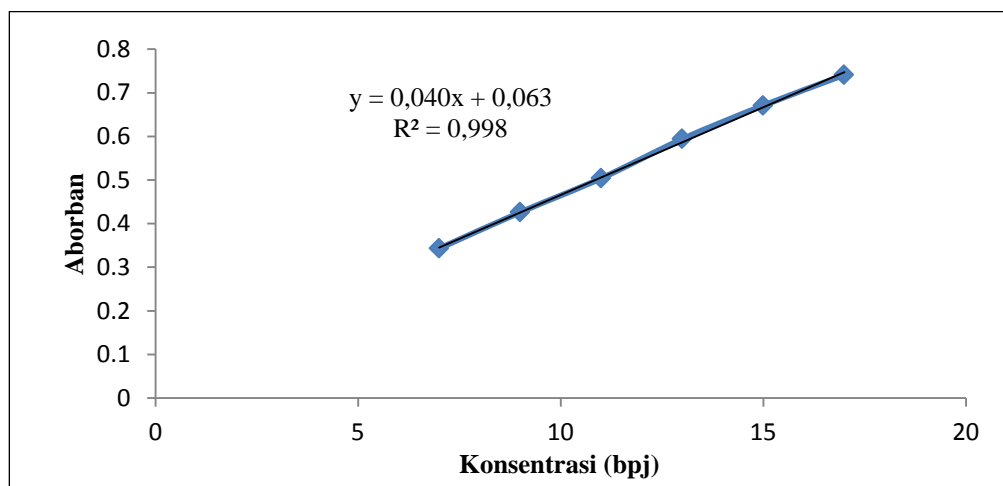
Hasil

Hasil pengukuran panjang gelombang serapan maksimum oktilmetoksi sinamat pada panjang

gelombang λ 310 nm pada pelarut isopropanol (Tabel 1). Kurva kalibrasi standar oktilmetoksi sinamat menunjukkan per-samaan linier $y = 0,040x + 0,063$ dengan $R^2 = 0,998$ (Gambar 1), dengan nilai BD = 0,3693 bpj; BK = 1,2311 bpj. Validasi metode analisis dengan sampel simulasi meliputi akurasi menunjukkan persen perolehan kembali untuk konsentrasi sampel simulasi 80%; 100% dan 120% masing-masing adalah 94,55%; 104,06%; 110,58%; presisi menunjukkan persen perolehan kembali pada pengukuran hari ke-1 hingga ke-3 adalah masing-masing 100,30%; 100,43%; 100,74%; dengan nilai V_{x0} sebesar 1,0258 (Tabel 2). Tiga buah sampel krim tabir surya yang diperoleh dari pasar sekitar Kota Bandung menunjukkan hasil penelitian pada Tabel 3.

Tabel 1 Pengukuran Serapan Maksimum Oktimetoksi Sinamat pada Pelarut Isopropanol.

Senyawa	Panjang Gelombang Serapan Maksimum (nm)	Pelarut
Oktimetoksi Sinamat	310	Isopropanol



Gambar 1 Kurva kalibrasi oktilmetoksi sinamat.

Tabel 2 Hasil Perhitungan Akurasi dan Presisi

Krim Simulasi (%)	Akurasi		Presisi (<i>Interday</i>)	
	Rata-rata Perolehan Kembali (%)	Hari Ke-	Rata-rata Perolehan Kembali (%)	
80	94,55	1	100,30	
100	104,06	2	100,43	
120	110,58	3	100,74	

Tabel 3 Hasil Pengukuran Sampel

No.	Sampel Krim Tabir Surya Kemasan	Kadar (%) (b/b)
1.	Sampel Kode A	3,9
2.	Sampel Kode B	10,5
3.	Sampel Kode C	3,7

Pembahasan

Analisis oktilmetoksi sinamat menggunakan instrumen spektrofotometer UV, yaitu metode spektrofotometri yang dapat digunakan berdasarkan sifat fisikokimia senyawa oktilmetoksi sinamat. Oktilmetoksi sinamat merupakan turunan ester dari senyawa sinamat yang mempunyai gugus kromofor berupa cincin benzena aromatis yang terhubung dengan ikatan rangkap terkonjugasi dengan gugus ester dan gugus auk-sokrom eter yang terhubung langsung dengan sistem kromofor di sebelah cincin benzena (Edlich, dkk., 2004). Penggunaan spektrofotometri UV untuk penetapan kadar oktilmetoksi sinamat dalam krim ini karena waktu analisis relatif cepat, mempunyai ketelitian yang tinggi dan cukup mudah, dilakukan pada panjang gelombang serapan maksimum λ 310 nm, menggunakan pelarut isopropanol (Edlich, dkk., 2004; dan Montenegro & Puglini, 2013).

Berdasarkan struktur kimianya, ada dua bagian pada senyawa oktilmetoksi sinamat yang berperan penting yaitu bagian rantai alkil dan bagian rantai benzil. Berdasarkan struktur kimia senyawa tersebut maka terdapat bagian benzena aromatis dan sisi alkil yang bersifat relatif non polar sehingga untuk formula krim dibutuhkan basis krim yang sesuai untuk mendispersikan dalam formula yang seragam (Montenegro & Puglini, 2013; dan Zulkarnain, dkk., 2013).

Penentuan akurasi dan presisi dapat ditentukan dengan uji persen perolehan kembali menggunakan metode sampel simulasi dengan basis krim yang tersedia ditambahkan dengan standar oktilmetoksi sinamat (Harmita, 2004). Konsentrasi oktilmetoksi sinamat yang ditambahkan untuk penentuan akurasi, yaitu 80%

100% dan 120%. Penentuan presisi dengan konsentrasi sampel simulasi 100% pada hari ke-1 sampai hari ke-3. Uji persen perolehan kembali membandingkan kadar hasil analisis dengan kadar oktil metoksisinamat sebenarnya. Persen perolehan kembali pada simulasi konsentrasi 80%; 100% dan 120% masing-masing adalah 94,55%; 104,06%; 110,58%; serta pada pengukuran hari ke-1 hingga ke-3 adalah masing-masing 100,30%; 100,43%; 100,74%; dengan nilai V_{x0} sebesar 1,0258. Penilaian dari kedua kriteria ini sudah memenuhi rentang perolehan kembali dalam analisis zat aktif sediaan farmasi yaitu persen perolehan kembali untuk parameter akurasi sebesar 80-120% dan $V_{x0} < 2$ untuk parameter presisi.

Hasil penetapan kadar dari tiga buah sampel krim tabir surya yang diperoleh dari pasar sekitar Kota Bandung menunjukkan hasil penelitian: terdapat satu sampel krim yang mengandung oktilmetoksi sinamat melebihi konsentrasi yang ditetapkan yaitu sampel kode B sebesar 10,5% (b/b). Sampel kode A mengandung oktil metoksisinamat sebesar 3,9% (b/b), sedangkan sampel kode C sebesar 3,7% (b/b).

KESIMPULAN

Kadar oktil metoksisinamat yang terkandung dalam sampel A sebesar 3,9% (b/b), sampel B sebesar 10,5 % (b/b), dan sampel C sebesar 3,7% (b/b).

DAFTAR PUSTAKA

Departemen Kesehatan RI. (1993) *Kodeks Kosmetik Indonesia*, edisi II volume I. Jakarta: Depkes RI.

Abdillah: Penetapan Kadar Oktimetoksi Sinamat Dalam Krim Tabir Surya Menggunakan Spektrofotometri UV

Draelos DZ and Thaman LA. (2006) *Cosmetic Formulation of Skin Care Products*, volume 30. New York: Taylor and Francis Group, LLC.

Edlich RF, Cox MJ, and Nichter LS. (2004) Photoprotection by Sunscreen with Topical Antioxidants and Systemic Antioxidants to Reduce Sun Exposure. *J Long-Term Eff of Med Implants*. **4**: 317.

Food and Drug Administration (FDA). (2003) *Guidance for Industry Photosafety Testing, Pharmacology Toxicology Coordinating Committee in The Center for Drug Evaluation and Research (CDER) at FDA*. Washington: FDA.

Harmita. (2004). Petunjuk pelaksanaan validasi metode dan cara perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*, **1**(3): 117-135.

Mitsui T. (1997) *New Cosmetic Science*. Amsterdam: Elsevier Science BV.

Montenegro L and Puglini G. (2013) Evaluation of Sunscreen Safety by In Vitro Skin Permeation: Studies Effects of Vehicle Composition. *Pharmazie*. **68**: 34-40.

Oroh E dan Harun ES. (2001) *Tabir Surya (Sunscreen)*. Jakarta: Berkala Ilmu Penyakit dan Kelamin.

Zulkarnain AK, Susanti M, dan Lathifa AN. (2013) *The Physical Stability of Lotion O/W and W/O from Phaleria macrocarpa Fruit Extract As Sunscreen and Primary Irritation Test on Rabbit*, [Laporan Penelitian]. Yogyakarta: Universitas Gadjah Mada.