

**PENUNTUN PRAKTIKUM
ANALISIS OBAT DAN KOSMETIK**



Nama Mahasiswa	:	
NIM	:	
Semester/Kelas	:	
Dosen	:	

**PROGRAM STUDI FARMASI FAKULTAS
SAINS DAN TEKNOLOGI UNIVERSITAS
BINAWAN
JAKARTA 2021**

VISI DAN MISI
PROGRAM STUDI S1 FARMASI
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS BINAWAN

Visi

“Menjadi Prodi Farmasi Unggulan di Indonesia pada tahun 2025 dengan meluluskan tenaga teknis kefarmasian yang berakhlak dan dapat bersaing secara nasional maupun global”

Misi

1. Menyelenggarakan pendidikan kefarmasian yang berfokus kepada obat bahan alam, klinis komunitas dan pharmapreneur sesuai dengan perkembangan IPTEK agar dapat bersaing secara nasional dan global.
2. Mengembangkan penelitian kefarmasian khususnya dalam bidang obat bahan alam, klinis komunitas dan pharmapreneur.
3. Melakukan pengabdian masyarakat melalui pendekatan farmasi yang berorientasi pada obat bahan alam, klinis komunitas, dan pharmapreneur.
4. Melaksanakan perintisan dan pengembangan jejaring (*net working*) kemitraan di bidang kefarmasian pada tingkat nasional dan internasional.
5. Menghasilkan lulusan yang bertaqwa dan berbudi pekerti luhur serta terampil dalam dunia kefarmasian.

LEMBAR PENGESAHAN

Penuntun Praktikum Analisis Obat dan Kosmetik
Program Studi S1 Farmasi

Oleh:

Aji Humaedi, S.Si., M.Farm
(Dosen Pengampu Praktikum)

Jakarta, September 2021

Menyetujui,




apt. Ernie Halimatushadyah, M.Farm

(Ka. Prodi Farmasi)

Mengetahui




Mia Srimati S.Gz., M.Gz

(Dekan Fakultas Ilmu Kesehatan dan Teknologi)

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan ke hadirat Allah SWT, atas rahmat dan karuniaNya sehingga penulis dapat menyelesaikan Penuntun Praktikum Analisis Obat dan Kosmetik bagi mahasiswa Farmasi BINAWAN. Buku ini disusun dengan maksud agar mahasiswa dapat melaksanakan praktikum dengan baik dan mudah.

Praktikum Analisis Obat dan Kosmetik dimaksudkan untuk mengimbangi kemampuan mahasiswa dalam menghadapi perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi. Agar terjadi proses perkuliahan yang mengarah pada peningkatan skill mahasiswa dalam menghadapi tantangan, maka sudah selayaknya dilakukan pendalaman materi yang terfokus pada realitas di lapangan.

Penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan yang terdapat dalam buku ini, kritik dan saran yang membangun sangat penulis harapkan dan semoga buku ini bermanfaat bagi semua pihak.

Jakarta, Januari 2023

Peyusun

DAFTAR ISI

Halaman Sampul	i
Visi dan Misi	ii
Lembar Pengesahan	iii
Kata Pengantar	iv
Daftar Isi	v
Pendahuluan	vi
Modul 1 Analisis aspirin dalam tablet	1
Modul 2 Analisis tetrasiklin dalam kapsul	5
Modul 3 Analisis parasetamol dalam suspensi.....	10
Modul 4 Analisis vitamin C dalam injeksi.....	13
Modul 5 Analisis hidroquinon dalam sabun	16
Modul 6 Analisis rhodamin B dalam lipstik	20
Modul 7 Analisis methanyl yellow dalam eyeshadow.....	23
Modul 8 Analisis merkuri dalam bedak	27
Modul 9 Analisis asam retinoat dalam krim malam	30

PENDAHULUAN
PRAKTIKUM ANALISIS OBAT DAN KOSMETIK

Capaian Pembelajaran:

untuk melatih calon farmasis dalam mengabdikan ilmu dan keahliannya di masyarakat melaksanakan analisis obat dan kosmetik sesuai dengan ketentuan yang berlaku. Oleh karena itu setelah mengikuti praktikum dan menyelesaikan materi praktikum ini, mahasiswa diharapkan dapat terampil dalam menganalisis dan menetapkan kadar suatu sediaan obat dan kosmetik yang beredar di pasaran.

Dosen Pengajar:

1. Aji Humaedi, S.Si.,M.Farm
2. Apt. Krismayadi, S.Si.,M.M
- 3.
- 4.

Jadwal Praktikum Analisis Obat dan Kosmetik

Semester 3 TA

Pertemuan ke-	Topik	Metode (R/P/T/TT)
1	Analisis obat dan kosmetik	T
2	Analisis obat dan kosmetik	R
3	Penetapan kadar aspirin (tablet)	P
4	Penetapan kadar tetrasiklin (kapsul)	P
5	Penetapan kadar parasetamol (suspensi)	P
6	Penetapan kadar vitamin C (injeksi)	P
7	Metode penetapan kadar aspirin (tablet), tetrasiklin (kapsul), parasetamol (suspensi), vitamin C (injeksi)	R
8	UTS	TT

9	Analisis hidrokuinon dalam bentuk sediaan foundation	P
10	Analisis zat warna sintetik rhodamin B pada lipstik	P
11	Analisis zat warna sintetik rodamin B pada eye shadow	P
12	Analisis hidrokuinon dan zat warna sintetik rodamin B	R
13	Analisis merkuri pada sediaan lotion	P
14	Analisis asam retinoat pada sediaan krim wajah	P
15	Analisis merkuri dan asam retinoat	R
16	UAS	TT

Keterangan:R (Responsi); P (Praktikum) ; T (Tugas); TT (Tes Tertulis)

Sistem Penilaian

Formatif : 30% (laporan + Pretest/post test + tugas)

UTS : 30%

UAS : 40%

Pelaksanaan Praktikum

1. Pembagian kelompok
2. Waktu : setiap sesi praktikum dilaksanakan selama 2 jam
3. Pre test/post test: Pre test dilakukan di awal sebelum dilakukan praktikum, soal tentatif tergantung dari dosen praktikum.
4. Responsi
Responsi diselenggarakan sesuai keperluan praktikum. Mahasiswa wajib mempersiapkan diri untuk mengikuti responsi. Responsi akan membahas teknis pelaksanaan praktikum dan landasan teorinya.
5. Tata tertib praktikum
 - a. Praktikan diharuskan memakai jas dan sandal lab yang bersih

- b. Peralatan khusus yang harus dibawa:
- c. Absensi/kehadiran praktikum 100%. Apabila berhalangan hadir harus ada keterangan resmi. Syarat ikut ujian minimal kehadiran 80%
- d. Disiplin kerja
 - Praktikan sudah siap di laboratorium 5 menit sebelum praktikum dimulai. Praktikan yang datang terlambat akan diberikan sanksi
 - Pekerjaan dilakukan dalam kelompok
 - Tanggung jawab pengerjaan tugas merupakan tanggung jawab bersama
 - Semua peralatan harus bersih baik pada saat pengerjaan maupun pada saat akhir praktikum
 - Alat praktikum diperiksa terlebih dahulu sebelum melakukan praktikum. Kehilangan alat setelah praktikum merupakan tanggung jawab pemilik meja/kelompok praktikum

6. Jurnal Praktikum

7. Laporan Praktikum

Mahasiswa wajib membuat laporan praktikum yang dikumpulkan pada saat responsi.

Format laporan:

- Hasil
- Pembahasan
- Pustaka

MODUL 1

Analisis aspirin dalam tablet

1.1. Capaian Pembelajaran Mata Kuliah

Mahasiswa mampu menentukan kadar aspirin dalam tablet

1.2. Dasar Teori

Aspirin atau Asam asetil salisilat yang ditemukan oleh seorang ilmuwan berkebangsaan Jerman yaitu Felix Hoffmann yang berusaha menemukan cara alternatif dalam mengobati arthritis tanpa menggunakan natrium salisilat, natrium salisilat yang digunakan untuk mengobati arthritis sering menyerang lapisan lambung dan menyebabkan pasien sakit yang cukup akibat iritasi. Karena keasaman membuat salisilat keras pada perut, ia mulai mencari formasi asam yang menyebabkan dia untuk mensintesis asam asetilsalisilat, suatu senyawa yang berbagi sifat terapeutik salisilat lain tetapi tidak memiliki keasaman yang kuat yang menyebabkan iritasi lambung. Pada tanggal 10 Agustus 1897, Hoffmann berhasil mensintesis asam asetilsalisilat (ASA) untuk pertama kalinya dalam bentuk stabil yang dapat digunakan untuk aplikasi medis. Dengan acetylation asam salisilat dengan asam asetat, ia berhasil menciptakan asam asetilsalisilat (ASA) dalam bentuk kimia murni dan stabil (Fessenden, 1986).

Aspirin atau Acidium Acetylo salicylium (asam 2-asetilbenzoat) memiliki rumus kimia yaitu $C_6H_8O_4$, yang dapat dibuat dari asam salisilat yang diasetilisasikan dengan asetil klorida atau anhidrin asam asetat dengan menggunakan katalis H_2SO_4 . Sintesis aspirin termasuk reaksi esterifikasi yakni merupakan reaksi perubahan dari suatu asam karboksilat dan alkohol menjadi suatu ester dengan menggunakan katalis asam. Reaksi juga sering disebut reaksi esterifikasi Fischer (Jumhari, 1995).

Menurut buku karangan Linder (1994), Aspirin (asam asetil salisilat) yang merupakan salah satu turunan dari fenol morohidris ialah fenol dengan satu gugus hidroksil yang berikatan pada inti aromatisnya. Fenol tidak dapat didestilasi dalam

air secara memuaskan dan dimana aspirin mampu melakukan formulasi dalam bentuk kombinasi dengan zat lain.

Menurut Rainford (2004) ,sifat-sifat aspirin dapat dilihat dari beberapa sisi, dilihat dari sifat kimianya yaitu :

- a. Kelarutan aspirin dalam air 10 mg/ ml dalam suhu 20⁰ C
- b. Larut dalam etanol
- c. Larut dalam eter
- d. Larut dalam air
- e. Merupakan senyawa polar

Dilihat dari sifat fisiknya, sebagai berikut:

- a. Massa molekul relatif aspirin adalah 180 gram/mol
- b. Titik leleh aspirin adalah 133,4 0c
- c. Titik didih aspirin 140 0c
- d. Aspirin merupakan senyawa padat berbentuk kristal an berwarna putih
- e. Berat molekul aspirin 180,2 gram/ mol
- f. Berat jenis aspirin 1,4 gram/ml

1.3. Alat dan bahan

1.3.1. Alat

1. Spektrofotometer genesys 20
2. Timbangan digital
3. Lumpang porselin
4. Labu ukur
5. Pipet volume
6. Kertas saring
7. Corong
8. Batang pengaduk
9. Kompor gas (digunakan untuk memanaskan aspirin)
10. Gelas ukur

1.3.2. Bahan

1. Tablet aspirin 500 mg

2. Asam salisilat
3. NaOH 1,0 N
4. FeCl₃ 0,02 M

1.4. Prosedur kerja

1. Pembuatan Larutan Standar Aspirin

- 0,4 g asam salisilat ditambahkan dengan 10 ml larutan NaOH 1 M dan dipanaskan sampai mendidih.
- Sampel kemudian dipindahkan secara kuantitatif pada labu takar 250 ml untuk kemudian diencerkan sampai tanda tera.

2. Pembuatan Kurva Kalibrasi

- 0,5 ml larutan standar aspirin dalam labu takar 10 ml
- Diencerkan sampai tanda batas dengan 0,02 M FeCl₃ (*larutan A*).
- Dengan metode yang sama dibuat *larutan B, C, D dan E* dengan memindahkan berturut – turut masing – masing 0,4 ml; 0,3 ml; 0,2 ml dan 0,1 ml larutan standar aspirin. Jika terlalu pekat, pengenceran dapat dilakukan kembali untuk sampel sebanyak 2 kali (5 ml sampel + 5 ml aquades).
- Larutan diukur absorbansi dan transmisinya dengan Spectronic 20 pada panjang gelombang 530 nm.

3. Pembuatan larutan standar

- Tablet obat aspirin ditimbang ditambahkan 10 ml larutan NaOH 1 M dan diencerkan sampai 250 ml.
- 0,5 ml larutan diambil dan diencerkan dalam labu takar 10 ml dengan 0,02 M FeCl₃. Jika terlalu pekat, pengenceran dapat dilakukan kembali untuk sampel sebanyak 2 kali (5 ml sampel + 5 ml aquades).
- Larutan diukur absorbansi dan transmisinya dengan Spectronic 20 pada panjang gelombang 530 nm.
- Tablet obat aspirin ditimbang (3 kali menimbang) dan ditambahkan 10 ml larutan NaOH 1 M dan dipanaskan.

- Masing – masing larutan ditambahkan 0,2; 0,3; dan 0,5 ml standar aspirin dan diencerkan dalam labu takar 250 ml .
- 0,5 ml dari masing-masing larutan diencerkan dalam labu takar 10 ml dengan 0,02 M FeCl_3 .
- Jika terlalu pekat, pengenceran dapat dilakukan kembali untuk sampel sebanyak 2 kali (5 ml sampel + 5 ml aquades).
- Larutan diukur absorbansi dan transmisinya dengan Spectronic 20 pada panjang gelombang 530 nm.

4. Penentuan kadar aspirin dalam tablet

- Diserbukkan lima tablet aspirin.
- Ditimbang serbuk tablet aspirin setara dengan 160 mg aspirin.
- Dipersiapkan larutan stok aspirin “ASA” asam salisilat diganti dengan aspirin.
- Dibuat pengenceran larutan stok standar ASA dengan cara dipipet 0,3 ml larutan stok ASA kedalam labutakar 10 ml.
- Diencerkan dengan larutan FeCl_3 0,02 M hingga tanda batas.
- Diukur dan dicatat absorbansi dari larutan dengan panjang gelombang 530 nm.
- Ditentukan kadar aspirin dalam tablet aspirin dengan digunakannya persamaan regresi linear yang didapat dari kurva kalibrasi.

MODUL 2

Analisis tetrasiklin dalam kapsul

1.1. Capaian Pembelajaran Mata Kuliah

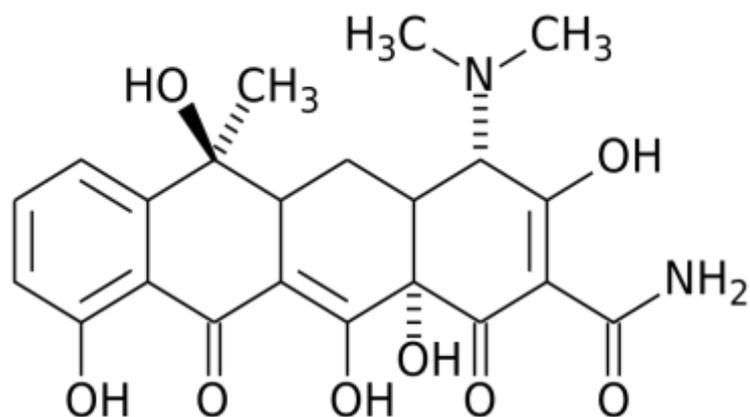
Mahasiswa mampu menentukan kadar tetrasiklin dalam kapsul

1.2. Dasar Teori

Tetrasiklin pertama kali ditemukan oleh Lloyd Conover. Berita tentang Tetrasiklin yang dipatenkan pertama kali tahun 1955. Tetrasiklin merupakan antibiotika yang memberi harapan dan sudah terbukti menjadi salah satu penemuan antibiotika penting. Tetrasiklin merupakan basa yang sukar larut dalam air, tetapi bentuk garam natrium atau garam HClnya mudah larut. Dalam keadaan kering, bentuk basa dan garam HCl tetrasiklin bersifat relatif stabil. Dalam larutan, kebanyakan tetrasiklin sangat labil sehingga cepat berkurang potensinya.

Tetrasiklin adalah zat anti mikroba yang diperoleh dengan cara deklorinasi klortetrasiklina, reduksi oksitetrasiklina, atau dengan fermentasi. Tetrasiklin mempunyai potensi setara dengan tidak kurang dari 975 µg tetrasiklin hidroklorida, (C₂₂H₂₄N₂O₈.HCl), per mg di hitung terhadap zat anhidrat.

Struktur kimia dari tetrasiklin adalah sebagai berikut:



Gambar 1. Struktur Tetrasiklin

Tabel 1. Struktur kimia golongan tetrasiklin

Jenis tetrasiklin	Gugus		
	R ₁	R ₂	R ₃
1. Klortetrasiklin	-Cl	-CH ₃ , -OH	-H, -H
2. Oksitetrasiklin	-H	-CH ₃ , -OH	-OH, -H
3. Tetrasiklin	-H	-CH ₃ , -OH	-H, -H
4. Demeklosiklin	-Cl	-H, -OH	-H, -H
5. Doksisisiklin	-H	-CH ₃ , -H	-OH, -H
6. Minosiklin	-N(CH ₃) ₂	-H, -H	-H, -H

Menurut farmakope Indonesia Edisi 4, Tetrasiklin memiliki pemerian serbuk hablur kuning, tidak berbau. Stabil di udara tetapi pada pemaparan dengan cahaya matahari kuat, menjadi gelap. Dalam laruta dengan pH lebih kecil dari 2, potensi berkurang dan cepat rusak dalam larutan alkali hidroksida. Tetrasiklin mempunyai kelarutan sangat sukar larut dalam air, larut dalam 50 bagian etanol (95%) P, praktis tidak larut dalam kloroform P, dan dalam eter P. Larut dalam asam encer, larut dalam alkali disertai peruraian.

Tetrasiklin adalah salah satu antibiotik yang dapat menghambat sintesis protein pada perkembangan organisme. Antibiotik ini diketahui dapat menghambat kalsifikasi dalam pembentukan tulang. Tetrasiklin diketahui dapat menghambat sintesis protein pada sel prokariot maupun sel eukariot. Mekanisme kerja penghambatannya, yaitu tetrasiklin menghambat masuknya aminoasil-tRNA ke tempat aseptor A pada kompleks mRNA-ribosom, sehingga menghalangi penggabungan asam amino ke rantai peptide.

1.3. Alat dan bahan

1.3.1. Alat

1. Spektrofotometer UV
2. Timbangan digital
3. Gelas ukur
4. Pipet tetes

5. Labu ukur
6. Pipet volume
7. Batang pengaduk

1.3.2. Bahan

1. Tetrasiklin kapsul 250 mg
2. Tetrasiklin Hidroklorida standar
3. Larutan NaOH encer
4. Asam klorida 37%
5. Aquades

1.4. Prosedur kerja

1. Pembuatan larutan induk

- Sebanyak 100 mg tetrasiklin hidroklorida ditimbang seksama.
- Pada praktikum diperoleh penimbangan sebanyak 99 mg
- Dilarutkan ke dalam labu ukur 10 ml dengan 10 ml HCl 0,01 N hingga didapat larutan induk tetrasiklin hidroklorida dengan konsentrasi 9900 ppm.

2. Pembuatan larutan standar

- Sebanyak 1,0 ml larutan induk Tetrasiklin HCl 9900 ppm dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml, di tambah HCl 0,01 N sampai tanda batas hingga didapat larutan standar tetrasiklin HCl dengan konsentrasi 990 ppm.
- Sebanyak 1,0; 2,0; dan 3,0 ml larutan standar tetrasiklin HCl 990 ppm dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml, diadd HCl 0,01 N sampai tanda batas hingga didapat konsentrasi larutan standar berturut-turut sebesar 99 ppm, 198 ppm, dan 297 ppm.
- Sebanyak 2,0 dan 5,0 ml larutan standar tetrasiklin HCl 297 ppm dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml, diadd HCl 0,01 N sampai tanda batas hingga didapat konsentrasi larutan standar berturut-turut sebesar 59,4 ppm dan 148,5 ppm.

- Sebanyak 1,0 ml larutan induk tetrasiklin HCl 9900 ppm diambil dan dimasukkan ke dalam labu ukur 25 ml, kemudian di tambah HCl 0.01 N sampai 25 ml hingga didapat larutan standar tetrasiklin HCl dengan konsentrasi 396 ppm. Dari larutan standar 396 ppm diambil 2,0 dan 3,0 ml masing-masing dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml, lalu di tambah HCl 0,01 N sampai 10 ml hingga didapat larutan standar tetrasiklin HCl dengan konsentrasi berturut-turut sebesar 79,2 ppm dan 118,8 ppm.

3. Pembuatan Kurva Kalibrasi

- Larutan standar dengan konsentrasi 59,4; 79,4; 99; 118,8; 148,5; 198 ppm masing-masing dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml kemudian ditambah NaOH 0,5 ml, ditambah aquades sampai 10 ml, lalu ditunggu sampai 6 menit.
- Diukur serapannya pada panjang gelombang maksimal dengan blanko 1 ml HCl dan 0,5 ml NaOH yang dilarutkan dalam aquadest sampai 10 ml.

4. Pengukuran kadar tetrasiklin dalam kapsul

- Keluarkan isi satu kapsul dengan dibilas HCl 0,01N, ditampung dalam labu ukur 10 ml lalu ditambahkan HCl 0,01 N sampai tanda batas hingga didapat konsentrasi larutan sampel tetrasiklin HCl 10000 ppm.
- Dibuat pengenceran 100 kali sampai didapat konsentrasi sebesar 100 ppm dengan mengambil 1 ml dari larutan sampel tetrasiklin HCl 10000 ppm, kemudian di tambah 10 ml HCl 0.01 N didapatkan konsentrasi larutan sampel tetrasiklin HCl 1000 ppm.
- Diambil 1 ml dari larutan sampel tetrasiklin HCl 1000 ppm dan di tambah 10 ml HCl 0.01 N didapatkan konsentrasi larutan sampel tetrasiklin sebesar 100 ppm.
- Larutan sampel tetrasiklin HCl 100 ppm dimasukkan ke dalam labu ukur, ditambah NaOH encer sebanyak 0,5 ml, lalu di tambah aquades sampai 10 ml.

- Larutan sampel ditunggu selama 6 menit, kemudian diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum dengan blanko 1 ml HCl 0.01 N, 0,5 ml NaOH, dan ditambah aquadest sampai 10 ml.
- Pengukuran absorbansi dilakukan terhadap 3 replikan, lalu dihitung kadar tetrasiklin HCl sehingga didapatkan kadar dalam prosentase terhadap teoritik ($x \pm SD$).
- Kadar teoritik tetrasiklin HCl dalam kapsul adalah 250 mg.

MODUL 3

Analisis parasetamol dalam suspensi

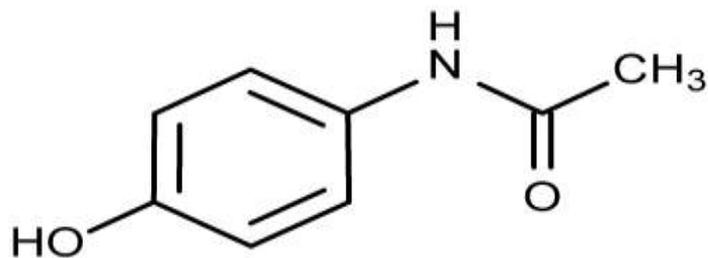
1.1. Capaian Pembelajaran Mata Kuliah

Mahasiswa mampu menentukan kadar parasetamol dalam suspensi

1.2. Dasar Teori

Parasetamol atau disebut pula dengan Asetaminofen mengandung tidak kurang dari 98% dan tidak lebih dari 101,0 % $C_8H_9NO_2$, dihitung terhadap anhidrat. Pemerian berupa serbuk hablur, putih, tidak berbau, rasa sedikit pahit. Larut dalam air mendidih dan dalam natrium hidroksida 1 N, mudah larut dalam etanol.

Parasetamol atau disebut pula asetaminofen (nama kimianya N-asetil-p-aminophenol) umum digunakan sebagai analgesik (mengurangi rasa nyeri) dan antipiretik (menurunkan demam). Parasetamol merupakan obat pilihan sebagai antipiretik. Parasetamol juga di klasifikasikan sebagai analgesik efek menengah. Umumnya digunakan untuk nyeri kepala.



Gambar 2. Struktur Parasetamol

Parasetamol (Asetaminofen) adalah obat yang sangat aman, tetapi bukan berarti tidak berbahaya. Sejumlah besar asetaminofen akan melebihi kapasitas kerja hati, sehingga hati tidak lagi dapat menguraikannya menjadi bahan yang tidak berbahaya. Akibatnya, terbentuk suatu zat racun yang dapat merusak hati. Keracunan asetaminofen pada anak-anak yang belum mencapai masa puber, jarang berakibat fatal. Pada anak-anak yang berumur lebih dari 12 tahun, overdosis asetaminofen bisa menyebabkan kerusakan hati.

1.3. Alat dan bahan

1.3.1. Alat

1. HPLC Shimadzu Tipe LC-10AD
2. Ultra Sonic Branson
3. Membran Filter berukuran 0,45 μm dan 0,5 μm
4. Gelas Ukur 1000 ml dan 50 ml
5. Pipet volume 1 ml dan 2 ml
6. Labu Ukur 10 ml dan 100 ml
7. Neraca Analitis
8. Pompa Vakum
9. Aluminium Foil
10. Kertas Saring Whatman
11. Corong
12. Syringe Injector

1.3.2. Bahan

1. Parasetamol sirup
2. Baku pembanding parasetamol BPF1
3. Metanol
4. Aquabides

1.4. Prosedur kerja

1. Pembuatan Larutan Fase Gerak

- Dibuat campuran aquabidest dan metanol (3 : 1)
- Disaring dengan penyaring membran filter berukuran 0,5 μm kemudian diawaudarakan dengan disonikasi

2. Pembuatan larutan baku

- Ditimbang 10,1 mg baku pembanding parasetamol BPF1
- Dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL
- Ditambahkan 50 mL fase gerak
- Disonikasi selama 10 menit

- Diencerkan dengan fase gerak sampe garis tanda, dihomogenkan
- Dipipet sebanyak 1 mL
- Dimasukkan kedalam labu ukur 10 mL
- Ditambahkan 50 mL fase gerak, disonikasi selama 5 menit
- Diencerkan dengan fase gerak sampe garis tanda, dihomogenkan
- Disaring dengan membran filter berukuran 0,45 μm

3. Pembuatan larutan sampel

- Dipipet 2 ml sampe 1 parasetamo 1 sirup, dimasukkan kedalam labu ukur 100 ml
- Ditambahkan 50 ml fase gerak
- Disonikasi selama 10 menit
- Diencerkan dengan fase gerak sampai garis tanda, dihomogenkan
- Dipipet sebanyak 2 ml
- Dimasukkan kedalam labu ukur 100 ml
- Ditambahkan 50 ml fase gerak, disonikasi selama 5 menit
- Diencerkan dengan fase gerak sampe garis tanda, dihomogenkan
- Disaring dengan membran filter berukuran 0,45 μm

4. Cara penetapan kadar parasetamol suspensi

- Dialirkan fase gerak (aquabidest : metanol = 3:1) dengan menggunakan pompa dengan laju alir 1,5 ml per menit ke dalam kolom yang berisi fase diam oktadesilsilana
- Kemudian disuntikkan secara terpisah larutan baku parasetamol dan larutan sampel parasetamol ke dalam Kromatografi Cair Kinerja Tinggi dengan volume penyuntikan masing-masing 20 μl
- Pemisahan zat aktif terjadi melalui mekanisme kromatografi
- Hasil pemisahan dibaca oleh detektor dengan panjang gelombang 243 nm
- Dicatat di rekorder, dihitung luas area puncak utama masing-masing larutan baku dan larutan sampel

MODUL 4

Analisis Vitamin C dalam injeksi

1.1. Capaian Pembelajaran Mata Kuliah

Mahasiswa mampu menentukan kadar vitamin C dalam injeksi

1.2. Dasar Teori

Vitamin C (juga disebut sebagai asam L-askorbat) merupakan lakton 2, 3, - asamdienol-L-glukonat dan tidak berbau, padatan putih dengan rumus kimia $C_6H_8O_6$. Rumus bangun asam askorbat (berat molekul 176,13). Asam askorbat dalam keadaan kering cukup stabil, tetapi dalam larutan cepat dioksidasi oleh udara. Reaksi oksidasi ini dipercepat oleh beberapa logam, terutama tembaga. Asam askorbat jika terkena sinar lambat laun akan berubah menjadi coklat.

Vitamin C memiliki banyak peranan dalam tubuh, di antaranya adalah dalam pembentukan kolagen, yaitu sejenis protein yang menghubungkan semua jaringan serabut, kulit, urat, tulang rawan, dan jaringan lain di tubuh manusia. Struktur kolagen yang baik dapat menyembuhkan patah tulang, memar, pendarahan kecil, dan luka ringan.

Kekurangan vitamin C secara umum adalah kasus yang sangat jarang terjadi. Efeknya biasanya tampak pada orang yang mengalami mal-nutrisi (kekurangan gizi). Kekurangan vitamin C dapat menyebabkan daya tahan tubuh menurun, cepat lelah, gangguan kesehatan gigi dan mulut, seperti bibir pecah-pecah, penyakit gusi, gigi mudah lepas, dan gangguan lain yang biasanya disebut panas dalam.

1.3. Alat dan bahan

1.3.1 Alat

1. HPLC Shimadzu Tipe LC-10AD
2. Ultra Sonic Branson
3. Membran Filter berukuran 0,45 μm dan 0,5 μm
4. Gelas Ukur 1000 ml dan 50 ml
5. Pipet volume 1 ml dan 2 ml

6. Labu Ukur 10 ml dan 100 ml
7. Neraca Analitis
8. Pompa Vakum
9. Aluminium Foil
10. Kertas Saring Whatman
11. Corong
12. Syringe Injector

1.3.2 Bahan

1. Vitamin C injeksi
2. Bufer fosfat
3. Metanol
4. Aquabides

1.4. Prosedur kerja

1. Pembuatan fase gerak

- Fase gerak dibuat dengan mencampurkan metanol dan 0,01 M bufer fosfat pH 3 dengan perbandingan 40:60 oleh sistem KCKT.
- Sebelumnya larutan 0,01 M bufer fosfat pH 3 tersebut disaring dengan penyaring Whatman 0,45 μm yang dibantu dengan pompa vakum kemudian didegassing selama 15 menit menggunakan ultrasonicator

2. Pembuatan kurva baku vitamin C

- Larutan intermediate vitamin C diambil sebanyak 250, 375, 500, 625, dan 750 μL
- Dimasukkan ke dalam labu ukur 10,0 mL
- Ditambahkan pelarut metanol :0,01 M bufer fosfat pH 3 (40 : 60) hingga tanda batas sehingga diperoleh konsentrasi lebih kurang sebesar 50, 75, 100, 125, dan 150 $\mu\text{g/mL}$.
- Larutan disaring dengan millipore 0,45 μm dan dimasukkan ke dalam vial KCKT.

- Larutan seri baku vitamin C masing-masing konsentrasi diinjeksikan sebanyak 20 μL pada sistem KCKT fase terbalik.
- Pembuatan kurva baku dilakukan dalam tiga kali replikasi.
- Luas puncak digunakan untuk menghitung regresi linear dengan persamaan $y = bx + a$ dengan kriteria keberterimaan $r \geq 0,998$.

3. Penetapan kadar vitamin C dalam injeksi

- Sediaan injeksi vitamin C diambil sebanyak 50 μL menggunakan micropipet
- Dimasukkan ke dalam labu ukur 10,0 mL
- Diencerkan dengan pelarut metanol : 0,01 M bufer fosfat pH 3 (40 : 60) hingga tanda batas sehingga dihasilkan larutan stok dengan konsentrasi lebih kurang 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$.
- Larutan stok sampel diambil banyak 2,4mL menggunakan macropipet
- Dimasukkan ke dalam labu ukur 10,0 mL
- Diencerkan dengan pelarut metanol : 0,01 M bufer fosfat pH 3 (40:60) hingga tanda batas sehingga dihasilkan larutan sampel dengan konsentrasi lebih kurang 240 $\mu\text{g}/\text{mL}$.
- Larutan sampel disaring menggunakan millipore 0,45 μm kedalam vial KCKT dan diinjeksikan ke sistem KCKT.
- Penetapan kadar vitamin C dilakukan dalam enam kali replikasi.

MODUL 5

Analisis hidrokuinon dalam foundation

1.1. Capaian Pembelajaran Mata Kuliah

Mahasiswa mampu menentukan kadar hidrokuinon dalam foundation

1.2. Dasar Teori

Foundation adalah salah satu perlengkapan dasar make-up. Fungsi foundation adalah untuk menyamarkan atau menutupi bagian wajah yang kurang sempurna, seperti bekas jerawat, kulit yang kurang halus, atau warna kulit yang tidak rata/sama. Pengaplikasian foundation yang kurang tepat dapat menyebabkan tampilan kita bukannya bertambah cantik, tapi semakin kacau bahkan kadang terlihat seperti memakai topeng. Berikut ini adalah jenis foundation dan penggunaannya:

1. Oil-based foundation. *Foundation* ini tepat digunakan bagi Anda yang memiliki kulit kering. Sebelum menggunakan, kocok terlebih dahulu agar semua formulanya larut dengan sempurna.
2. Matte foundation. *Foundation ini* sangat cocok untuk kulit berminyak karena tidak mengandung minyak dan mengontrol kilap di wajah. Namun ingat, *matte foundation* juga cepat kering. Oleh karena itu jangan pernah mengaplikasikan *foundation* jenis ini terlalu tebal.
3. Liquid foundation. *Liquid foundation* terdiri atas dua jenis: berbahan dasar air, dan berbahan dasar minyak. *Foundation* berbahan dasar air cocok untuk kulit berminyak dan sensitif. Sementara yang berbahan dasar minyak cocok untuk kulit kering atau yang mengalami dehidrasi.
4. Stick. *Foundation* ini cocok untuk kulit kering dan normal. Selain awet di wajah, alas bedak *stick* dapat juga digunakan sebagai penutup noda hitam pada wajah dan flek bekas jerawat.

Hidrokuinon, juha 1,4-diol benzen atau quinol, merupakan aromatik senyawa organik yang merupakan jenis fenol, memiliki rumus kimia $C_6H_4(OH)_2$. Hidrokuinon ringan dapat mengalami oksidasi untuk mengkonversi ke

benzoquinone. Pengurangan dari reaksi ini kuinon berbalik kembali ke hidrokuinon. Beberapa senyawa biokimia di alam memiliki semacam kuinon, Hidrokuinon ini atau bagian dalam struktur mereka, seperti koenzim Q, dan dapat menjalani serupa redoks interconversions.

1.3. Alat dan bahan

1.3.1. Alat

1. Spektrofotometer UV Visible
2. Timbangan analitik
3. Penangas air
4. Pipet volume
5. Labu ukur
6. Gelas kimia
7. Tabung reaksi
8. Batang pengaduk
9. Pipet tetes

1.3.2. Bahan

1. Sampel (Foundation)
2. Hidrokuinon 20, 40, 60, 80,100 dan 120 $\mu\text{g/mL}$ (ppm)
3. Phloroglusinol 1 %
4. NaOH 0,5N
5. Eter
6. Etanol

1.4. Prosedur kerja

1. Pengukuran panjang gelombang optimum

- Mereaksikan 1 mL larutan hidrokuinon 60 $\mu\text{g/mL}$ dalam etanol 95% ke dalam tabung reaksi ditambahkan 1 mL pereaksi phloroglusinol 1% dan 1 ml NaOH 0,5 N
- Dipanaskan dalam penangas air pada suhu 70°C selama 50 menit sampe terbentuk warna merah

- Tabung reaksi didinginkan dalam air bersuhu 25°C
- Campuran reaksi dicukupkan dengan etanol 95% sampe 10 ml didalam labu ukur
- Serapan diukur pada panjang gelombang antara 500-650 nm. Catat panjang gelombang maksimum yang diperoleh

2. Pembuatan kurva kalibrasi

- Kurva kalibrasi dibuat dengan konsentrasi yang bervariasi dari 0-120 µg/mL.
- Dibuat satu deret larutan standar hidrokuinon dalam etanol dengan kadar yang berbeda, yaitu 20, 40, 60, 80, 100 dan 120 µg/mL dan larutan blanko.
- Deret larutan standar dibuat dengan mengencerkan larutan induk 1000 ppm dalam labu 25 ml, dengan masing-masing jumlah larutan induk yang diambil adalah 0,5 mL; 1 mL; 1,5 mL; 2 mL; 3 mL agar didapat deret larutan standar konsentrasi 20, 40, 60, 80, 100 dan 120 µg/mL.
- Ditambahkan aquadest sampe tanda batas pada labu ukur 25 mL
- Masing-masing larutan standart diambil 1 mL kemudian dimasukkan kedalam tabung reaksi.
- Ditambahkan 1 mL pereaksi phloroglusinol 1 % dan 1 mL NaOH 0,5 N, dipanaskan dengan pemanas air suhu 70°C selama 50 menit sampai terbentuk warna merah
- Tabung reaksi didinginkan dalam air bersuhu 25°C, dipindahkan ke labu ukur 10 mL, dicukupkan dengan etanol 95% hingga tanda
- Serapan diukur pada panjang gelombang yang telah ditentukan mulai dari konsentrasi yang rendah ke konsentrasi yang tinggi secara berurutan.
- Dibuat kurva antara absorbansi dan konsentrasinya

3. Penetapan kadar hidrokuinon

- 1 mL foundation disuspensikan dalam air secukupnya, dipindahkan kedalam corong pemisah dan diekstraksi 3 kali, setiap kali ekstraksi dengan 10 mL eter
- Eter diuapkan di dalam lemari asam sampai kering
- Sisa penguapan dilarutkan dalam 5 mL etanol, saring dengan kertas saring whatman kedalam labu ukur 10 mL
- Ditambahkan etanol 95% sampai tanda batas
- Larutan hasil ekstraksi ditambahkan 1 mL pereaksi phloroglusinol 1% dan 1 mL NaOH 0,5N, dipanaskan dalam pemanas air suhu 70°C selama 50 menit sampai terbentuk warna merah
- Tabung reaksi didinginkan dalam air bersuhu 25°C, dipindahkan ke labu ukur 10 mL, dicukupkan dengan etanol 95% hingga tanda
- Serapan diukur pada panjang gelombang yang telah didapat, pengukuran panjang gelombang optimum dan setiap sampel dilakukan secara tripel (3 kali pengulangan).

MODUL 6

Analisis Rhodamin B dalam lipstik

1.1. Capaian Pembelajaran Mata Kuliah

Mahasiswa mampu menentukan kadar rhodamin B dalam lipstik

1.2. Dasar Teori

Lipstik adalah produk kosmetik yang paling luas digunakan. Lipstik merupakan pewarna bibir yang dikemas dalam bentuk batang padat (roll up) yang terbentuk dari minyak, lilin dan lemak.

Lipstik adalah make up bibir yang anatomis dan fisiologisnya agak berbeda dari kulit bagian badan lainnya. Misalnya, stratum korneum-nya sangat tipis dan dermisnya tidak mengandung kelenjar keringat maupun kelenjar minyak, sehingga bibir mudah kering dan pecah-pecah terutama jika dalam udara yang dingin dan kering. Hanya air liur yang merupakan pembasah alami untuk bibir.

Lipstik terdiri dari zat warna yang terdispersi dalam pembawa yang terbuat dari campuran lilin dan minyak, dalam komposisi yang sedemikian rupa sehingga dapat memberikan suhu lebur dan viskositas yang dikehendaki. Suhu lebur lipstik ideal yang sesungguhnya diatur hingga suhu mendekati suhu bibir, bervariasi antara 36-38°C. Tetapi karena harus memperhatikan faktor ketahanan terhadap suhu cuaca di sekelilingnya, terutama suhu daerah tropik, suhu lebur lipstik dibuat lebih tinggi, yang dianggap lebih sesuai diatur pada suhu lebih kurang 62°, biasanya berkisar antara 55-75°C.

Penggunaan Rhodamin B pada makanan dan kosmetik dalam waktu lama (kronis) akan mengakibatkan gangguan fungsi hati maupun kanker. Namun demikian, bila terpapar Rhodamin B dalam jumlah besar maka dalam waktu singkat akan terjadi gejala akut keracunan Rhodamin B. Bila Rhodamin B tersebut masuk melalui makanan akan mengakibatkan iritasi pada saluran pencernaan dan mengakibatkan gejala keracunan dengan urine yang berwarna merah maupun merah muda. Selain melalui makanan ataupun kosmetik, Rhodamin B juga dapat mengakibatkan gangguan kesehatan, jika terhidup terjadi iritasi pada saluran

pernafasan. Mata yang terkena Rhodamin B juga akan mengalami iritasi yang ditandai dengan mata kemerahan dan timbunan cairan atau udem pada mata.

1.3. Alat dan bahan

1.3.1. Alat

1. Spektrofotometri UV Visibel
2. Neraca analitis (Vibra)
3. Pro pipet
4. Penangas air
5. Labu takar
6. Pipet volume
7. Gelas ukur
8. Beaker glass
9. Erlenmeyer
10. Tabung reaksi
11. Penguap
12. Batang pengaduk

1.3.2. Bahan

1. Lipstik
2. Rhodmin B
3. Metanol
4. Asam klorida 4 M

1.4. Prosedur kerja

1. Pembuatan Larutan Rhodamin B 1000 ppm

- Ditimbang 50 mg pewarna Rhodamin B BPFI, dimasukkan ke dalam labu tentukur 50 mL, ke dalam labu tentukur ditambahkan metanol secukupnya
- Dikocok hingga homogen. Kemudian larutan dicukupkan dengan metanol hingga garis tanda dan dihomogenkan

2. Pembuatan Larutan Rhodamin B 50 ppm

- Dipipet 2.5 ml larutan Rhodamin B 1000 ppm dengan menggunakan pipet volume
- Dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL, lalu ditambahkan metanol sampai garis tanda

3. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Larutan Rhodamin B

- Dipipet 2 ml larutan Rhodamin B dengan menggunakan pipet volume
- Dimasukkan ke dalam labu tentukur 50 mL (konsentrasi 2 ppm), lalu ditambahkan metanol sampai garis tanda dan dihomogenkan
- Diukur serapan maksimum pada panjang gelombang 400-800 nm dengan menggunakan blanko. Blanko digunakan metanol.

4. Penetapan kadar rhodamin B

- Ditimbang 2 gr lipstik, diletakkan di dalam cawan penguap, ditambahkan 16 tetes asam klorida 4M, ditambahkan 30 mL metanol
- Dilelehkan di atas penangas air. Disaring dengan kertas saring berisi natrium sulfat anhidrat dengan membuang 2-5 mL filtrat pertama.
- Dilakukan berulang-ulang sampai larutan hasil leburan lipstik jernih.
- Filtratnya ditampung dalam labu ukur 50 mL
- Dicukupkan dengan metanol sampai garis tanda dan dihomogenkan.
- Dipipet 2 mL filtrat hasil leburan lipstik kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL. Dicukupkan dengan metanol sampai garis tanda dan dihomogenkan.
- Diukur serapannya pada panjang gelombang 544 nm

MODUL 7

Analisis Rhodamin B dalam eye shadow

1.1. Capaian Pembelajaran Mata Kuliah

Mahasiswa mampu menentukan kadar Rhodamin B dalam eye shadow

1.2. Dasar Teori

Mata merupakan organ tubuh yang sering dinilai keindahannya dalam penampilan seseorang. Estetika dari mata sering menjadi bahan ucapan, tulisan, atau lukisan baik dalam segi cinta, novel, puisi, atau lukisan wanita cantik jelita. Rias mata merupakan hal yang tidak dapat dilupakan begitu saja apabila seseorang ingin berpenampilan lebih, tentu dengan selalu mempertimbangkan kondisi, keperluan, dan tujuan yang ingin dicapai. Ada 3 bagian mata yang perlu dirias, yaitu kelopak mata (eye lid), bulu mata (eye lash), dan alis mata (eye brow).

Kosmetika rias kelopak mata terdiri atas bayangan mata (eye shadow) dan setting cream. Bayangan mata (eye shadow) ialah rias kelopak mata yang dipakai agar tampak lebih gelap sehingga kelopak mata terlihat lebih cekung ke dalam. Kosmetika ini berisi pigmen warna yang berasal dari bahan alam/anorganik yang diizinkan untuk dipakai.

Eye Shadow merupakan jenis make up untuk mata. Eye Shadow dapat dibuat dalam bentuk sediaan krim, stik, cairan, bubuk, atau pressed cake. Sediaannya dapat digunakan kering atau basah dan diformulasikan sesuai tipe yang diinginkan. Eye Shadow adalah kosmetik yang diterapkan pada kelopak mata dan dibawah alis. Eye Shadow adalah kosmetik yang digunakan untuk memberikan warna dan permukaan yang halus pada kelopak mata. Keseluruhan warna tersedia dari putih bersih sampai pink, biru, kuning, violet, dan ungu serta hijau dan hitam. Corak-corak yang populer dapat divariasikan dengan musim atau masa dan pakaian yang merupakan mode saat ini.

Rhodamin B adalah salah satu zat pewarna sintetis yang biasa digunakan pada industri tekstil dan kertas . Pada awalnya zat ini digunakan untuk kegiatan histologi dan sekarang berkembang untuk berbagai keperluan yang berhubungan dengan sifatnya dapat berfluorensi dalam sinar matahari.

Rumus Molekul dari Rhodamin B adalah $C_{28}H_{31}N_2O_3Cl$ dengan berat molekul sebesar 479.000. Zat yang sangat dilarang penggunaannya dalam makanan ini berbentuk kristal hijau atau serbuk ungu-kemerah – merahan, sangat larut dalam air yang akan menghasilkan warna merah kebiru-biruan dan berfluorensi kuat. Rhodamin B juga merupakan zat yang larut dalam alkohol, HCl, dan NaOH, selain dalam air. Di dalam laboratorium, zat tersebut digunakan sebagai pereaksi untuk identifikasi Pb, Bi, Co, Au, Mg, dan Th dan titik leburnya pada suhu $165^{\circ}C$.

Di dalam Rhodamin B sendiri terdapat ikatan dengan klorin (Cl) yang dimana senyawa klorin ini merupakan senyawa anorganik yang reaktif dan juga berbahaya. Reaksi untuk mengikat ion klorin disebut sebagai sintesis zat warna. Disini dapat digunakan Reaksi Fried- Crafts untuk mensintesis zat warna seperti triarilmetana dan xentana. Reaksi antara ftalat anhidrida dengan resorsinol dengan keberadaan seng klorida menghasilkan fluoresein. Apabila resorsinol diganti dengan N-N-dietilaminofenol, reaksi ini akan menghasilkan rhodamin B.

1.3. Alat dan bahan

1.3.1. Alat

2. Spektrofotometri UV Visibel
2. Neraca analitis (Vibra)
3. Pro pipet
4. Penangas air
5. Labu takar
6. Pipet volume
7. Gelas ukur
8. Beaker glass
9. Erlenmeyer
10. Tabung reaksi
11. Penguap
12. Batang pengaduk

1.3.2. Bahan

1. Eye shadow
2. Rhodmin B

3. Metanol
4. Asam klorida 4 M

1.4. Prosedur kerja

1. Pembuatan Larutan Rhodamin B 1000 ppm

- Ditimbang 50 mg pewarna Rhodamin B BPFI, dimasukkan ke dalam labu tentukur 50 mL, ke dalam labu tentukur ditambahkan metanol secukupnya
- Dikocok hingga homogen. Kemudian larutan dicukupkan dengan metanol hingga garis tanda dan dihomogenkan

2. Pembuatan Larutan Rhodamin B 50 ppm

- Dipipet 2.5 ml larutan Rhodamin B 1000 ppm dengan menggunakan pipet volume
- Dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL, lalu ditambahkan metanol sampai garis tanda

3. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Larutan Rhodamin B

- Dipipet 2 ml larutan Rhodamin B dengan menggunakan pipet volume
- Dimasukkan ke dalam labu tentukur 50 mL (konsentrasi 2 ppm), lalu ditambahkan metanol sampai garis tanda dan dihomogenkan
- Diukur serapan maksimum pada panjang gelombang 400-800 nm dengan menggunakan blanko. Blanko digunakan metanol.

4. Penetapan kadar rhodamin B

- Ditimbang 2 gr eye shadow, diletakkan di dalam cawan penguap, ditambahkan 16 tetes asam klorida 4M, ditambahkan 30 mL metanol
- Dilelehkan di atas penangas air. Disaring dengan kertas saring berisi natrium sulfat anhidrat dengan membuang 2-5 mL filtrat pertama.
- Dilakukan berulang-ulang sampai larutan hasil leburan eye shadow jernih.
- Filtratnya ditampung dalam labu ukur 50 mL
- Dicukupkan dengan metanol sampai garis tanda dan dihomogenkan.

- Dipipet 2 mL filtrat hasil leburan eye shadow kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL. Dicukupkan dengan metanol sampai garis tanda dan dihomogenkan.
- Diukur serapannya pada panjang gelombang 544 nm

MODUL 8

Analisis Merkuri dalam lotion

1.1. Capaian Pembelajaran Mata Kuliah

Mahasiswa mampu menentukan kadar merkuri dalam lotion

1.2. Dasar Teori

Kulit merupakan bagian tubuh paling utama yang perlu diperhatikan karena merupakan organ terbesar yang melapisi bagian tubuh manusia. Kulit memiliki fungsi untuk melindungi bagian tubuh dari berbagai gangguan dan rangsangan luar dengan membentuk mekanisme biologis salah satunya yaitu pembentukan pigmen melanin untuk melindungi kulit dari bahaya sinar ultraviolet matahari. Radiasi sinar ultraviolet yang berasal dari matahari dapat menimbulkan efek negatif yang menyebabkan berbagai permasalahan pada kulit.

Lotion adalah sediaan kosmetika golongan emolien (pelembut) yang mengandung air lebih banyak. Sediaan ini memiliki beberapa sifat, yaitu sebagai sumber lembab bagi kulit, memberi lapisan minyak yang hampir sama dengan sebum, membuat tangan dan badan menjadi lembut, tetapi tidak beresam berminyak dan mudah dioleskan. Hand and body lotion (lotion tangan dan badan) merupakan sebutan umum bagi sediaan ini di pasaran.

Lotion dapat juga didefinisikan sebagai suatu sediaan dengan medium air yang digunakan pada kulit tanpa digosokkan. Biasanya mengandung substansi tidak larut yang tersuspensi, dapat pula berupa larutan dan emulsi di mana mediumnya berupa air. Biasanya ditambahkan gliserin untuk mencegah efek pengeringan, sebaliknya diberi alkohol untuk cepat kering pada waktu dipakai dan memberi efek penyejuknya. Wilkinson 1982 menyebutkan, lotion adalah produk kosmetik yang umumnya berupa emulsi, terdiri dari sedikitnya dua cairan yang tidak tercampur dan mempunyai viskositas rendah serta dapat mengalir dibawah pengaruh gravitasi. Lotion ditujukan untuk pemakaian pada kulit yang sehat. Jadi, lotion adalah emulsi cair yang terdiri dari fase minyak dan fase air yang distabilkan oleh emulgator, mengandung satu atau lebih bahan aktif di dalamnya.

Lotion dimaksudkan untuk pemakaian luar kulit sebagai pelindung. Konsistensi yang berbentuk cair memungkinkan pemakaian yang cepat dan merata pada permukaan kulit, sehingga mudah menyebar dan dapat segera kering setelah pengolesan serta meninggalkan lapisan tipis pada permukaan kulit.

Bahan aktif yang biasanya digunakan dalam lotion salah satunya adalah merkuri. Merkuri disebut juga air raksa atau hydrargyrum yang merupakan elemen kimia dengan simbol Hg dan termasuk dalam golongan logam berat dengan bentuk cair dan berwarna keperakan. Merkuri merupakan salah satu bahan aktif yang sering ditambahkan dalam lotion.

1.3. Alat dan bahan

1.3.1. Alat

1. Spektrofotometri UV Visibel
2. Neraca analitis (Vibra)
3. Pro pipet
4. Penangas air
5. Labu takar
6. Pipet volume
7. Gelas ukur
8. Beaker glass
9. Erlenmeyer
10. Tabung reaksi
11. Penguap
12. Batang pengaduk
13. Labu kjeldhal

1.3.2. Bahan

1. Lotion
2. Asam sulfat pekat
3. Merkuri klorida
4. Aquabidestilata

1.4. Prosedur kerja

1. Pembuatan larutan induk Merkuri 1000 μ g/L (1000 ppb)

Melarutkan 0,1354 gram serbuk merkuri klorida dengan 70 mL aquabidestilata di dalam labu takar 100,0 mL. Ditambah aquabidestilata sampai tepat pada tanda tera sehingga menjadi konsentrasi 1000 ppm (BSN, 2003). Kemudian memipet 0,1 mL larutan induk merkuri 1000 mg/L ke dalam labu takar 100,0 mL yang telah berisi lebih kurang 50 mL aquabidestilata, ditepatkan sampai tanda tera dengan aquabidestilata sehingga konsentrasi menjadi 1000 ppb.

2. Pembuatan Kurva Baku

Larutan stok merkuri 1000 ppb dipipet 10 mL ke dalam labu takar 100,0 mL yang berisi kurang lebih 70 mL aquabidestilata. Ditepatkan sampai tanda tera dengan aquabidestilata sehingga konsentrasi menjadi 100 ppb. Dari larutan dengan konsentrasi 100 ppb diambil 6,25; 12,5; 18,75; 25,0; dan 31,25 mL masing-masing diencerkan 250 mL sehingga didapat konsentrasi 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5 ppb diaspirasikan dalam alat spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 253,7 nm.

3. Preparasi Sampel

Preparasi larutan uji dilakukan dengan metode destruksi basah. Sampel lotion sebanyak 2 gram dimasukkan dalam labu kjeldhal, ditambahkan H₂SO₄(p). Kemudian didestruksi sampai larutan menjadi jernih dan tidak berasap. Sisa detruksi dimasukkan dalam labu takar 250 mL dan ditambah aquabidestilata sampai tanda tera.

4. Uji Merkuri pada Sampel

Sampel yang telah didestruksi diaspirasikan ke dalam spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang (λ) = 253,7 nm. Kemudian hasil pembacaan absorbansi dimasukkan ke dalam persamaan kurva baku yang telah diperoleh.

MODUL 9

Analisis asam retinoat dalam krim wajah

1.1. Capaian Pembelajaran Mata Kuliah

Mahasiswa mampu menentukan kadar asam retinoat dalam krim wajah

1.2. Dasar Teori

Kosmetika dikenal sebagai penunjang penampilan agar tampak lebih menarik. Seiring dengan berkembangnya ilmu pengetahuan dan teknologi, beragam kosmetika muncul di pasaran. Namun tidak semua kosmetika itu memenuhi aturan farmasetika yaitu aman, berkhasiat, dan berkualitas. Penggunaan kosmetika harus disesuaikan dengan aturan pakainya, misalnya harus sesuai jenis kulit, warna kulit, iklim, cuaca, waktu penggunaan, umur dan jumlah pemakaiannya sehingga tidak menimbulkan efek yang tidak diinginkan.

Menurut Food and Drug Administration (FDA), badan yang mengatur industri kosmetika, kosmetika adalah produk yang dimaksudkan untuk digunakan pada tubuh manusia untuk membersihkan, mempercantik, mempromosikan daya tarik, atau mengubah penampilan tanpa mempengaruhi struktur atau fungsi tubuh. Selain itu pada Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 1175/MENKES/PER/VIII/2010 Bab 1 Pasal 1 dituliskan bahwa kosmetika adalah bahan atau sediaan yang dimaksudkan untuk digunakan pada bagian luar tubuh manusia (epidermis, rambut, kuku, bibir, dan organ genital bagian luar) atau gigi dan membran mukosa mulut terutama untuk membersihkan, mewangikan, mengubah penampilan dan atau memperbaiki bau badan atau melindungi atau memelihara tubuh pada kondisi baik.

Produk pemutih kulit sendiri terbagi menjadi 3 golongan yaitu kosmetik, kosmetisikal, dan kosmetomedik. Golongan pertama disebut kosmetik, jika produk itu mempengaruhi fisiologi kulit dan dapat dibeli secara bebas, contohnya sabun. Golongan kedua disebut kosmetisikal, jika produk itu mempengaruhi fisiologi kulit tapi masih boleh dibeli secara bebas-terbatas tanpa harus memakai resep dokter, contohnya produk yang mengandung alpha hydroxy acid (AHA), asam glikolat, arbutin dan hidrokuinon. Golongan ketiga disebut kosmetomedik, produk-produk

ini mempengaruhi fisiologi kulit dan hanya boleh dibeli dengan resep dokter, contohnya hidrokuinon diatas 2% dan asam retinoat.

Asam retinoat adalah senyawa aktif turunan vitamin A dalam bentuk asam yang dibentuk dari all-trans retinol (retinoid dalam bentuk alkohol). Asam retinoat juga dikenal dengan sebutan tretinoin (all-trans retinoic acid) yang digunakan dalam terapi jerawat. Asam retinoat memiliki rumus molekul $C_{20}H_{28}O_2$. Berat Molekul 300,44. Pemerian asam retinoat berupa serbuk hablur, kuning sampai jingga muda. Asam retinoat tidak larut dalam air, sukar larut dalam etanol dan dalam kloroform.

1.3. Alat dan bahan

1.3.1. Alat

1. Spektrofotometri UV Visibel
2. Erlenmeyer
3. Gelas kimia
4. Labu takar
5. Corong
6. Pipet volume
7. Pipet tetes
8. Pipa kapiler
9. Batang pengaduk
10. Kertas saring Whatman No.41
11. Aluminium foil
12. Timbangan analitik
13. Lampu UV254
14. Bejana Kromatografi
15. Lempeng KLT silika gel 60F254 siap pakai (20 cm x 20cm, tebal 0,25mm)
16. Kuvet.

1.3.2. Bahan

1. Krim wajah

2. Metanol
3. Asam asetat glasial
4. Aseton
5. Etanol p.a
6. n-heksan
7. Asam retinoat

1.4. Prosedur kerja

1. Pembuatan Larutan Perbandingan dan Larutan Uji

Timbang lebih kurang 3 g sampel perbandingan dan sampel uji, masukkan ke dalam gelas kimia, bungkus dengan aluminium foil, tambahkan 10 mL metanol dan kocok hingga homogen. Dinginkan dalam es selama 15 menit dan saring melalui kertas saring Whatman No.41.

2. Pembuatan Larutan Pengembang

- Sistem A: campuran n-heksan – asam asetat glasial 0,33% dalam etanol p.a (9:1) v/v
- Sistem B: campuran n-heksan – aseton (6:4) v/v

3. Identifikasi Sampel dengan KLT

Lempeng KLT yang telah diaktifkan dengan cara dipanaskan di dalam oven pada suhu 105°C selama 30 menit dengan membuat batas penotolan dan batas elusi 10 cm. Larutan perbandingan dan larutan uji ditotolkan secara terpisah dengan menggunakan pipa kapiler pada jarak 1,5 cm dari bagian bawah lempeng. Jarak antar noda adalah 2,5 cm, kemudian dibiarkan beberapa saat hingga mengering. Lempeng KLT yang telah mengandung cuplikan dimasukkan ke dalam bejana KLT yang terlebih dahulu telah dijenuhkan dengan fase gerak sistem A berupa n-heksan – asam asetat glasial 0,33% dalam etanol p.a (9:1) dan sistem B berupa n-heksan – aseton (6:4). Dibiarkan fase bergerak naik sampai mendekati batas elusi. Kemudian lempeng KLT diangkat dan dibiarkan kering di udara. Diamati di bawah sinar UV254 berfluoresensi memberikan bercak gelap, menunjukkan adanya asam retinoat.

4. Penyarian Asam Retinoat

Ditimbang lebih kurang 20 g sampel pembanding (Vitacid), dimasukkan kedalam gelas kimia, bungkus dengan aluminium foil, tambahkan 50 mL metanol dan kocok hingga homogen. Dinginkan dalam es selama 15 menit dan saring melalui kertas saring Whatman No.41. Filtrat dibiarkan pada suhu ruang selama 16 jam.

5. Pembuatan Larutan Asam Retinoat

1000 ppm Ditimbang lebih kurang 0,01 g Asam retinoat, dimasukkan kedalam gelas kimia, kemudian dilarutkan dan diencerkan dengan 10 mL metanol.

6. Pembuatan Larutan Asam Retinoat 500 ppm

Diambil 25 mL larutan asam retinoat 1000 ppm dimasukkan kedalam labu tentukur 50 mL, lalu ditambahkan metanol sampai garis tanda.

7. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Larutan Asam Retinoat

Dipipet 3 mL larutan asam retinoat 500 ppm dan dimasukkan kedalam labu tentukur 50 mL (konsentrasi 30 ppm), lalu ditambahkan metanol sampai garis tanda dan dihomogenkan. Diukur serapan maksimum pada panjang gelombang 200 – 400 nm dengan menggunakan blanko. Blanko digunakan metanol.

8. Penentuan Linieritas Kurva Kalibrasi

Dipipet larutan asam retinoat 500 ppm kedalam labu tentukur 50 mL berturut-turut 1 mL, 2 mL, 3 mL, 4 mL dan 5 mL (10 ppm, 20 ppm, 30 ppm, 40 ppm dan 50 ppm). Kedalam masing-masing labu tentukur tersebut ditambahkan metanol sampai garis tanda. Dikocok homogen, kemudian diukur serapannya pada panjang gelombang maksimum yang diperoleh serta menggunakan larutan blanko.

9. Uji Kuantitatif Sampel

Timbang lebih kurang 3 g sampel pembanding dan sampel uji, masukkan kedalam gelas kimia, bungkus dengan aluminium foil, tambahkan 10 mL metanol dan kocok hingga homogen. Dinginkan dalam es selama 15 menit

dan saring melalui kertas saring Whatman No.41. Filtrat ditampung dalam labu tentukur 50 mL, lalu ditambahkan metanol sampai garis tanda dan dihomogenkan. Dipipet 2 mL filtrat hasil pengenceran sampel kemudian dimasukkan kedalam labu tentukur 25 mL, lalu ditambahkan metanol sampai garis tanda dan dihomogenkan. Diukur serapannya pada panjang gelombang 352 nm.