

**ANALISIS SENYAWA OKTIL N,N-DIMETIL PABA  
DALAM PRODUK TABIR SURYA  
DENGAN METODE SPEKTROFOTOMETER UV – Vis**

**SKRIPSI**

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat mencapai  
gelar Sarjana Sains (S.Si) Program Studi Ilmu Kimia  
pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Islam Indonesia  
Jogjakarta**



Diajukan oleh :

**RINA HASTUTI  
00 612 066**

**JURUSAN ILMU KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA  
JOGJAKARTA  
2005**

**ANALISIS SENYAWA OKTIL N,N-DIMETIL PABA  
DALAM PRODUK TABIR SURYA SPF 15  
DENGAN METODE SPEKTRIFOTOMETER UV – Vis**

Oleh :

**RINA HASTUTI**  
No Mhs : 00612066

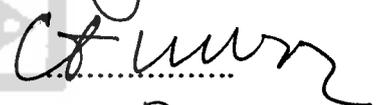
Telah dipertahankan di hadapan Panitia Penguji Skripsi  
Jurusan Ilmu Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Islam Indonesia

Tanggal : 15 Oktober 2005

Dewan Penguji

1. Is Fatimah, M.Si.
2. Rudy Syahputra, M. Si.
3. Dr. Chairil Anwar
4. Dwiarso Rubiyanto, S.Si.

Tanda Tangan



Mengetahui,  
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Islam Indonesia



(Jaka Nugraha, M. Si.)

## MOTTO

*Orang yang berilmu itu bukanlah mereka yang bertanya bagaimana orang lain punya arti bagiku, tetapi mereka yang bertanya bagaimana aku punya arti bagi orang lain.*  
(Drs Toto Tasmara)

*Sesungguhnya jalan menuju kebahagiaan ada di depan anda maka carilah ia dalam ilmu, amal sholeh dan akhlak yang mulia*  
(DR. Aidh Bin Abdullah Al-Qarni, M.A.)

*Barang siapa yang menempuh jalan untuk mencari ilmu, niscaya Allah akan memudahkan jalan baginya menuju Syurga*  
(H. R. Muslim)

*Allah akan meninggikan orang-orang yang beriman di antaramu dan orang-orang yang diberi ilmu pengetahuan beberapa derajat. Dan Allah Maha mengetahui apa yang kamu kerjakan*  
(Q.S Al-Mujadilah : 11)

*Adakah sama orang-orang yang mengetahui dengan orang-orang yang tidak mengetahui ?  
sesungguhnya orang yang berakallah yang dapat menerima pelajaran.*  
(Q.S. Az-Zumar : 9)

*Tiada seorangpun yang keluar dari rumahnya untuk menuntut ilmu, melainkan malaikat akan meletakkan sayapnya karena meridhoi apa yang ia lakukan*  
(H.R. Tirmidzi, Ibnu Najah dan Ibnu Hibban)

*Jika anak adam meninggal dunia, maka putuslah semua amalnya kecuali tiga perkara :  
Shadaqah jariah, Ilmu yang bermanfaat dan Anak shalih yang mendoakannya*  
(H.R. Muslim)

## HALAMAN PERSEMBAHAN



*Karya ini kupersembahkan*

*bagi jiwa-jiwa yang telah memeluk jiwaku dan bagi*

*hati yang selalu memberikan kedamaian dalam alunan jiwaku.*

*Ayah dan Bunda tercinta yang telah memberikan segalanya, dan doa*

*yang selalu mengirigi langkahku.*

*Kakakku, kedua adikku dan seluruh keluarga besarku.*

*Sahabat-sahabatku terima kasih atas semua waktu untuk selalu*

*setia menemaniku.*

*Serta Almamaterku VII*

## KATA PENGANTAR



Syukur Alhamdulillah, segala puji bagi Allah SWT atas segala rahmat dan hidayah-NYA sehingga saya dapat menyelesaikan laporan skripsi ini. Shalawat serta salam semoga tetap tercurah kepada Nabi Muhammad SAW, keluarga dan para sahabatnya. Skripsi ini disusun berdasarkan penelitian yang telah saya lakukan di laboratorium kimia FMIPA UII, sebagai salah satu syarat untuk memperoleh jenjang strata satu ( S-1 ) dengan gelar sarjana Sain (S.Si ) program studi Ilmu Kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Jogjakarta.

Dalam pelaksanaan maupun penulisan skripsi ini, saya banyak mendapatkan bimbingan, petunjuk serta dorongan dari berbagai pihak, oleh karena itu, saya mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Dekan F.MIPA Universitas Islam Indonesia Bapak Jaka Nugraha, M.Si.
2. Ketua Jurusan Ilmu Kimia Bapak Rudi Syahputra, M.Si.
3. Dosen Pembimbing I Bapak Dr. Chairil Anwar.
4. Dosen Pembimbing II Bapak Dwiarso Rubiyanto, S.Si.
5. Koordinator Laboratorium Ilmu Kimia Ibu Is Fatimah, M.Si.
6. Dosen Pengajar dan Staf Laboratorium Ilmu Kimia.

7. Semua pihak yang telah membantu saya selama penelitian maupun dalam penyelesaian penulisan skripsi ini, yang tidak dapat disebutkan satu persatu.

Saya menyadari bahwa laporan ini masih banyak kekurangan, oleh karena itu, kritik dan saran yang membangun, sangat saya harapkan, untuk melakukan pembenahan sehingga menjadi lebih baik serta layak dijadikan wacana dan ilmu pengetahuan baru bagi para pembaca dimasa yang akan datang. Kepada Allah SWT saya memohon taufiq dan hidayah-NYA semoga kita semua senantiasa dalam keridlaan-Nya, Amin.

Jogjakarta, Oktober 2005

Penulis



## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL .....	i
HALAMAN PENGESAHAN .....	ii
MOTTO .....	iii
HALAMAN PERSEMBAHAN.....	iv
KATA PENGANTAR .....	v
DAFTAR ISI .....	vii
DAFTAR TABEL .....	x
DAFTAR GAMBAR .....	xi
INTI SARI.....	xii
ABSTRACT .....	xiii
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	4
1.3 Tujuan Penelitian.....	4
1.4 Manfaat Penelitian.....	4
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
<b>BAB III DASAR TEORI</b>	
3.1 Asam Para Amino Benzoat ( PABA ) .....	9
3.2 Oktil N,N-dimetil PABA .....	10
3.3 Kosmetik .....	11

3.4 Tabir Surya.....	12
3.5 Sun Protecting Factor ( SPF ).....	15
3.6 Cahaya Matahari.....	16
3.7 Spektrofotometri UV-Vis.....	19
3.8 Spektrofotometri Infra Merah .....	23
3.9 Kromatografi Lapis Tipis .....	24
3.10 High Performance Liquid Chromatography (HPLC) .....	27
3.11 Hipotesis.....	30
<b>BAB IV METODOLOGI PENELITIAN</b>	
4.1 Alat dan Bahan .....	31
4.2 Cara Kerja .....	32
4.2.1 Ekstraksi bahan standar.....	32
4.2.2 Uji kelayakan bahan standar.....	33
4.2.2.1 Uji dengan Infra Red ( IR ).....	33
4.2.2.2 Mengukur $\lambda_{maks}$ kurva kalibrasi .....	33
4.2.2.3 Uji Kromatografi Lapis Tipis ( KTL ).....	33
4.2.2.4 Uji dengan HPLC .....	34
4.2.3 Preparasi Sampel.....	34
4.2.4 Pengukuran Panjang Gelombang Maksimum dan absorpsi Sampel .....	35
<b>BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	
5.1 Ekstraksi Bahan Standar.....	36
5.2 Identifikasi Bahan Standar .....	36
5.2.1 Analisis dengan Spektrofotometri IR .....	36

5.2.2 Mengukur $\lambda_{\text{maks}}$ dan kurva kalibrasi .....	39
5.2.3 Uji menggunakan KLT .....	41
5.2.4 Uji dengan HPLC.....	43
5.3 Penentuan kadar oktil N,N-dimetil PABA dalam sampel .....	46

## BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN

6.1 Kesimpulan.....	50
6.2 Saran .....	50

## DAFTAR PUSTAKA

## LAMPIRAN



## DAFTAR TABEL

Tabel 1. Jenis fase diam yang digunakan dalam KLT .....	25
Tabel 2. Konsentrasi dan serapan yang dihasilkan dalam pelarut metanol ...	40
Tabel 3. Panjang gelombang maksimal pada sampel .....	47
Tabel 4. Absorbansi sampel Z .....	48



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Rumus struktur PABA .....	9
Gambar 2. Ester PABA .....	10
Gambar 3. Struktur senyawa Oktil N,N-dimetil PABA .....	10
Gambar 4. Transisi Elektronik .....	19
Gambar 5. Hubungan konsentrasi dengan Absorbansi .....	22
Gambar 6. Instrumentasi UV – Vis .....	22
Gambar 7. Instrumentasi HPLC .....	28
Gambar 8. Spektrum IR Senyawa Asam Para Amino Benzoat .....	37
Gambar 9. Spektrum IR Senyawa Oktil N,N-dimetil PABA .....	37
Gambar 10. Panjang gelombang maksimum menggunakan pelarut metanol	40
Gambar 11. Kurva kalibrasi .....	41
Gambar 12. Panjang gelombang maksimum menggunakan pelarut etanol ...	43
Gambar 13. Kromatogram dari 16 UV penyaring .....	45
Gambar 14. Kromatogram dari larutan pabanox pada konsentrasi $10^4$ ppm .	46

**ANALISIS SENYAWA OKTIL N,N-DIMETIL PABA  
DALAM PRODUK TABIR SURYA  
DENGAN SPEKTROFOTOMETER UV-Vis**

**INTI SARI**

**RINA HASTUTI  
NIM 00612066**

Telah dilakukan penentuan secara kualitatif dan kuantitatif senyawa oktil N,N-dimetil PABA. Pada penelitian dianalisis tiga sampel yaitu sampel X,Y,Z. Sampel diperoleh dari produk tabir surya yang beredar ditoko terdekat. Identifikasi senyawa oktil N,N-dimetil PABA menggunakan Spektrofotometer UV-Vis.

Sampel dilarutkan dengan methanol kemudian diekstrak dengan Pe untuk menghilangkan lemak.  $\lambda_{maks}$  sampel di ukur dengan spektrofotometer pada 310 nm untuk menginduksasikan sampel Z mengandung oktil N,N-dimetil PABA secara kuantitatif sampel Z mengandung oktil N,N-dimetil PABA sebanyak 15,44% (b /b).

**Kata kunci** : tabir surya, oktil N,N-dimetil PABA

**THE ANALYSIS OF N,N-OCTYL DIMETHYL PABA  
IN SUNSCREENS PRODUCT  
BY UV – Vis SPECTROPHOTOMETER**

**ABSTRACT**

**RINA HASTUTI  
NIM 00612066**

The measurement of N,N-octyl dimethyl PABA by qualitative and quantitative analysis have been done, the study was analysis of three samples as follow X,Y,Z. Commercial samples were purchased in local shops. The N,N-octyl dimethyl PABA were identified by UV – Vis Spectrophotometer.

Samples were diluted in methanol, the oil content extracted with petroleum eter. The maximum wavelength a samples were measured by UV – Vis spectrophotometer at 310 nm, this indiate of Z samples contains of N,N-octyl dimethyl PABA. The quantitative analysis has shown that Z samples contains of N,N-octyl dimethyl PABA about 15,44% (wt /wt)

**Key word :** sunscreens, N,N-octyl dimethyl PABA.

## BAB I

### PENDAHULUAN

#### 1.1 Latar Belakang

Di balik manfaatnya yang mulia sebagai sumber kehidupan, sinar matahari punya sisi jahatnya, terutama untuk kulit. Sebenarnya, tidak sepanjang hari sinar matahari merusak kulit. Sinar lembutnya sebelum pukul 09.00 pagi sangat penting untuk mematangkan provitamin D pada kulit. Yang perlu diwaspadai adalah pancaran yang berlangsung sejak pukul 09.00 - 15.00, karena di dalamnya terkandung sinar ultraviolet (UV) yang merusak kulit. Menurut panjang gelombangnya, UV terbagi dalam tiga jenis, yaitu UVC (100 - 290) nm, UVB (290 - 320) nm, dan UVA (320 - 400) nm.

UVC hampir seluruhnya diserap lapisan ozon di atas sana, sehingga tak berpengaruh pada kulit. Namun, UVC "buatan" juga bisa dihasilkan oleh pancaran lampu yang berisi air raksa (merkuri), xenon, dan *germicidal lamp* (lampu penghalau kuman penyakit). UVB berpengaruh pada epidermis (kulit ari), lapisan terluar kulit. Saat terpapar UVB, kulit menghasilkan melanin, zat pelindung dan pewarna kulit. Dengan kata lain, UVB merangsang produksi melanin. Makin lama kulit terpapar, makin mendekati coklat warnanya. Bahayanya ketika tubuh tak lagi cukup menghasilkan melanin untuk menangkis sinar UVB yang diserap kulit, terjadilah sun burn atau terbakar matahari. Untungnya, UVB tak cukup kuat menembus kaca jendela. Maka, meski duduk dekat jendela rumah, kafe, atau kendaraan, kita akan tetap aman. Namun, ketika berada di luar ruang, UVA bisa langsung menembus sampai ke dermis (kulit jangat), lapisan di bawah kulit ari,

tempat kolagen si penunjang kekenyalan kulit, kelenjar keringat, kelenjar lemak, akar rambut, ujung-ujung saraf perasa dan pembuluh darah kapiler berada. Tak heran kalau paparan UVA dianggap paling berperan terhadap beberapa kerusakan kulit, seperti penuaan, keriput, noda hitam, tahi kulit, dan kerusakan sel kulit tak terbaharui yang bisa berujung kanker kulit.

Sinar UV juga berpengaruh buruk pada mata, mempercepat pengeruhan lapisan kornea yang kita kenal sebagai gangguan katarak. Kanker kulit termasuk masih langka di Indonesia, meskipun hasil penelitian mutakhir menunjukkan, ia termasuk sepuluh besar tumor ganas. Menurut data patologi RSUPN Ciptomangokusumo, kanker kulit termasuk dalam peringkat pertama untuk kanker pada pria dan keempat pada wanita setelah kanker leher rahim, payudara, dan ovarium. Tidak cuma UV, sinar inframerah dari peralatan yang telah digunakan berulang selama 20 tahun juga bisa menyebabkan kanker kulit. Begitu pun radiasi ionisasi yang bisa menimbulkan kanker kulit setelah 20 - 30 tahun.

Nenek moyang kita sejak dulu sudah sadar, kulit perlu dilindungi dari sisi jahat sinar matahari. Itu sebabnya mereka mencari tempat berteduh di gua-gua, hingga akhirnya membangun rumah seperti bentuknya yang sekarang. Mereka juga membuat pelindung yang melekat di tubuh berupa pakaian dan berbagai aksesorinya, semisal topi, payung, dan kacamata anti sinar matahari. Di era modern, alat-alat pelindung kulit itu dibuat lebih canggih, untuk menjaga penampilan, semua bagian tubuh harus dilindungi, termasuk wajah dan bagian terbuka lainnya. sehingga, kita jadi bebas melakukan berbagai kegiatan praktis, aman dan nyaman. Misalnya sewaktu berenang, bagian tubuh yang tak tertutup pakaian bisa dilindungi dengan bahan antisinger matahari yang bisa dilapiskan ke

kulit, yang disebut sebagai tabir surya. Begitu banyak produk tabir surya yang ditawarkan. Ada yang berwujud krim, lotion, semprot, atau *lip balm*. Ada juga yang mengandung SPF 2 hingga SPF 60. Ada yang dibubuhi vitamin, pelembab sari lidah buaya, teh hijau, serta pewangi. Ada juga yang bebas pewangi, bebas minyak, anti jerawat, dan tahan air. Ada yang khusus buat wajah, tapi tersedia pula yang khusus untuk badan, dan dengan harga yang bervariasi. Para ahli kulit lazimnya menyarankan agar tabir surya dipilih minimal SPF 15. Kurang dari itu, biasanya kulit cepat terbakar. Pekerja lapangan, atau mereka yang biasa melakukan olahraga luar ruang, seperti renang, sebaiknya menggunakan minimal SPF 30. Dari kandungan zatnya, tabir surya biasa dibedakan menjadi *sunblock* dan *sunscreen*. *Sunblock* yang secara fisik memantulkan sinar UV umumnya mengandung seng oksida dan titanium dioksida, dan harus dioleskan lebih tebal. Sementara *sunscreen* atau *sunfilter* secara kimiawi menyerap sinar UV, agar tak menyerang sel kulit hidup, biasanya mengandung *avobenzone* dan *benzophenone* yang bisa menangkis serangan UVA. Prinsipnya, baik *sunblock* atau *sunscreen*, Tetap tabir surya penangkis, baik UVB maupun UVA.

Tidak sedikit tabir surya yang beredar dipasaran mengandung bahan-bahan kimia yang ternyata memiliki efek yang berbahaya terhadap kulit, karena tidak sesuai dengan kadar yang ditentukan, salah satunya zat aktif tabir surya yang populer adalah Asam Para Amino Benzoat (PABA). Misalnya, Tabir surya SPF antara 8-15 mengandung bahan oktil N,N-dimetil PABA yang mempunyai tingkat kemampuan maksimal menyerap sinar ultraviolet. (Wasitatmadja, 1997). Dan mengabsorpsi hampir 95% radiasi sinar UV-B pada daerah serapan 290-315 nm dan puncak serapan pada 312 nm, yang dapat menyebabkan *sunburn* (eritema dan

kerut). Kosmetik tabir surya yang baik dan aman bagi kulit Asia/Indonesia di iklim tropis ialah yang tidak mengandung PABA (Non-PABA). Karena di dalamnya ditambah bahan yang mengandung warna coklat yang secara artificial dapat merangsang pigmentasi kulit, Seringkali bersifat fotosensitif. PABA dan turunannya menyebabkan kelainan kulit seperti terjadinya pigmentasi, timbul noda-noda hitam pada kulit, kulit bertambah coklat. Secara umum bahan pemeka cahaya dapat mempengaruhi proses fotokimia kulit yang menyebabkan perubahan-perubahan yang merugikan pada kulit.

Mengingat kemungkinan bahaya yang dapat ditimbulkan dari pemakaian tabir surya yang mengandung oktil N,N-dimetil PABA, dan adanya kemungkinan penggunaan oktil N,N-dimetil PABA di dalam tabir surya SPF 15 yang melebihi batas yang telah ditentukan, maka perlu dilakukan suatu uji kelayakan atau analisis pada produk tabir surya SPF 15 untuk mengetahui jumlah kandungan oktil N,N-dimetil PABA yang telah di gunakan dalam produk tersebut, sehingga dari hasil analisis tersebut dapat disimpulkan apakah produk tabir surya tersebut layak atau tidak layak untuk digunakan oleh masyarakat luas.

### **1.2 Rumusan Masalah**

1. Apakah terdapat kandungan senyawa oktil N,N-dimetil PABA dalam produk tabir surya X, Y, Z?
2. Berapakah kandungan senyawa oktil N,N-dimetil PABA dalam produk tabir surya X, Y, Z?

### **1.3 Tujuan penelitian**

1. Mengetahui apakah terdapat kandungan senyawa oktil N,N-dimetil PABA dalam produk tabir surya X, Y, Z.

2. Menentukan besarnya kandungan senyawa oktil N,N-dimetil PABA dalam produk tabir surya X, Y, Z.

#### 1.4 Manfaat Penelitian

Memberikan informasi kepada masyarakat tentang kandungan oktil N,N-dimetil PABA yang terdapat pada produk tabir surya X, Y, Z.



## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

Beberapa penelitian yang telah dilakukan oleh para peneliti mengenai produk tabir surya tertentu. Antara lain, Analisis produk tabir surya *Coppertone* yang mengandung bahan aktif *ethylhexyl para-methoxycinamate* dan *oxybenzone* pada SPF 4, 6, 8, 15, 30, 45, pada tabir surya SPF 30, 45, mengandung bahan tambahan yaitu SPF 30 mengandung *2-ethylhexyl salicylate* dan *homosalate*, dan SPF 45 mengandung *2-ethylsalicylate* dan *octocrylene*. Tabir surya dilarutkan dalam pelarut organik 2-propanol diukur dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 312 nm. (Walters, 1997).

Analisis produk tabir surya *Banana Boat Sunblock Lotion* SPF 15 dan *Wallgreen's Sunblock* SPF 25 yang mengandung bahan aktif *oxybenzone* (*benzophenone*), *octyl salicylate*, *octyl methoxycinamate*, *octyldimethyl PABA* (*Padimate O*). Tabir surya dilarutkan dalam pelarut organik 2-propanol dalam *centrifuge tube*, diukur dengan *High Performance Liquid Chromatography (HPLC)*. (Griffith, 2002).

Analisis produk tabir surya *Loreal face* SPF 15, *Neutrogen face* SPF 15, *Lubriderm face* SPF 15 *Presun* SPF 28, *Banana Boat* SPF 30, *Biosun* SPF 30, yang mengandung bahan aktif *octyl methoxycinamate*, *phenylbenzimidazole sulfonic acid*, *benzophenone*, *titanium dioxide*, *octyl calicylate*, *avobenzone*, tabir surya dilarutkan

dengan pelarut organik 2-propanol dengan perbandingan 1:100, diukur dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 330 nm. (Field, 2002).

Analisis produk tabir surya *LubriDerm (face) SPF 15, Neutrogena (face) SPF 15, L'Oreal (face) SPF 15, Presun (general) SPF 28, Banana Boat (general) SPF30, Biosun (general) SPF30, Nexux (hair) SPF N/A, V05 (hair), SPF N/A, L'Oreal (hair) SPF N/A* yang mengandung bahan aktif *oxybenzone, octyl methoxycinnamate, octyl salylate, avobenzone*. Tabir surya dalam pelarut organik isopropil alkohol dengan perbandingan 1:100, dipanaskan dalam sebuah *waterbath* pada suhu 45-50°C selama satu menit kemudian dikembalikan pada suhu kamar dikocok dengan kertas selama satu menit, diukur dengan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 325-400 nm, larutan dipersiapkan satu minggu sebelum diukur (Corcoran, 2001).

Analisis produk tabir surya *Banana Boat (Sun Amplifier SPF 0, Dark Tanning Oil with Sunscreen SPF 2, Sunscreen Lotion SPF 8, Sunblock Lotion SPF 15, Sport Sunblock Lotion SPF 30+, Baby Sunblock Lotion SPF 50+, Oil of Olay Daily UV Protectant SPF 15, Shade Oil-Free Gel SPF 15, Shade UV Aguard SPF 15* yang mengandung bahan aktif *Avobenzone, Ethylhexyl, p-Methoxycinnamate, 2-Ethylhexyl Cyano 3,3-diphenylacrylat, 2-Ethylhexyl Salicylate, Octyl Methoxycinnamate, Octyl Slicylate, Oxybenzone, Padimate O, 2-Phenylbenzimidazole 5-Sulfonis Acid, Titanium Dioxide*. Tabir surya dilarutkan dengan pelarut organik 2-Propanol dalam *Propylene centrifuge tube* dipanaskan dalam sebuah *waterbath* pada suhu 45-50°C selama satu menit kemudian dikembalikan pada suhu kamar. Diukur

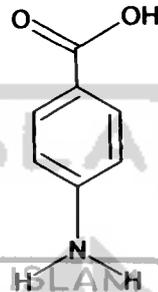
dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 308 nm, 310 nm, 312 nm, larutan dipersiapkan beberapa bulan sebelum diukur agar stabil. (Abney, 1998).



## BAB III

### DASAR TEORI

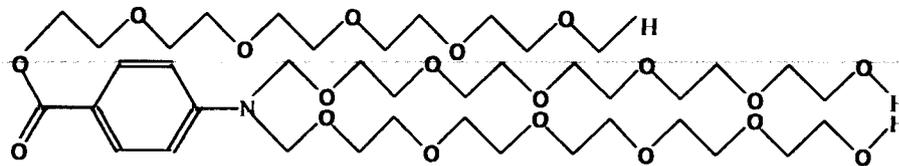
#### 3.1 Asam Para Amino Benzoat (PABA)



4-aminobenzoic acid

Gambar 1. Rumus struktur PABA

Asam para amino benzoat (PABA) termasuk dalam kelompok vitamin B kompleks. PABA secara luas telah dipakai sebagai tabir surya. PABA berfungsi menyerap sinar ultraviolet, dibutuhkan untuk melapisi kulit untuk menangkal sinar matahari. PABA bersifat asam dan bisa menyebabkan keperihan jika terkena mata, Sebagian orang sensitif terhadap PABA ketika dipakai untuk kulit, selain itu juga dapat menodai pakaian, karena itulah PABA perlu dimodifikasi sebelum digunakan sebagai tabir surya, diantaranya mereaksikan PABA dengan alkohol rantai panjang dalam bentuk ester PABA seperti pada gambar 2, yang berfungsi menghilangkan iritasi dan masalah-masalah noda, Ester PABA yang lain adalah gliserol PABA, *padimat A* dan *padimat O*). (Anonim, 2003).

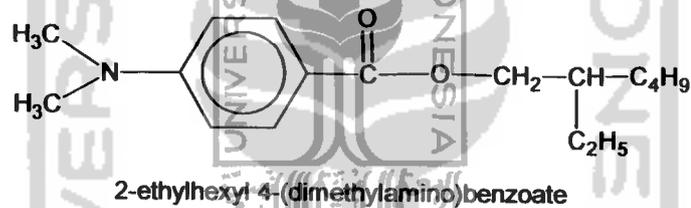


Polyethylene glycol 25 PABA

Gambar 2. Ester PABA

Dalam PABA terdapat struktur resonansi dalam cincin benzena, PABA termasuk dalam golongan karboksilat, yang ditunjukkan dengan sebuah ikatan tunggal diantara karbon dan sebuah ikatan rangkap diantara karbon dan oksigen. Ini adalah tempat dimana elektron dengan kuat mengelilingi tiga inti.

### 3.2 Oktil N,N-dimetil PABA



Gambar 3. Struktur senyawa oktil N,N-dimetil PABA

Nama lain : *Padimate O*

BM : 277,4

Sifat : Cairan berwarna kuning terang dengan bau aromatik lemah. Tidak larut dalam air, *gliserol*, *propilen glikol* : larut dalam *alcohol*, *paraffin cair*, *isopropyl alcohol*.

Penggunaan : Oktil N,N-dimetil PABA digunakan sebagai tabir surya. Yang menyerap cahaya ungu pada panjang gelombang 290-315 nm. Sediaan yang mengandung oktil N,N-dimetil PABA 3,3% atau asam amino benzoat 5% dalam

basis alkohol, efektif sebagai pencegah fotoiritasi. Oktil dalam PABA bersifat sebagai pemeca cahaya.

Sediaan-sediaan paten : *Escalol 507*, nama dagang oktil N,N-dimetil PABA, *Super shade 15*, lotion yang mengandung oktil N,Ndimetil PABA 7% dan *Oksinbenzon 3%*.

Nama-nama sediaan yang lain : *Elipse* (USA), *Presun 4* (USA), *phiasol* (Australia), *Pabafilm*.

### 3.3 Kosmetik

Menurut Peraturan Menteri Kesehatan NO.220/Men.Kes/Per/IX/79 Kosmetik adalah bahan atau campuran untuk digosokkan, dilekatkan, dituangkan, dipercikkan atau disemprotkan pada, dimasukkan, dituangkan pada badan atau bagian badan dengan maksud untuk membersihkan, memelihara, menambah daya tarik atau mengubah rupa dan tidak termasuk golongan obat. Intinya kosmetik seharusnya tidak mempengaruhi struktur dan fungsi kulit. Keberadaan kosmetik sangat diperlukan untuk perawatan kesehatan kulit. Akan tetapi dengan makin maraknya penggunaan berbagai bahan aktif dalam kosmetik meningkatkan pula resiko efek samping kosmetik, dan tampaknya meningkatnya resiko efek samping kosmetik ini dipengaruhi pula oleh perilaku konsumen yang tidak lepas dari konsep cantik wanita asia yang berkiblat ke Barat seperti misalnya kulit putih, hidung mancung, mata lebar dan lain-lain.

Hasil monitoring efek samping kosmetik oleh Ditjen POM Depkes RI pada tahun 1980-1984, menunjukkan bahwa efek samping kosmetik yang tersering adalah *akne* kosmetik (35,98%), kemudian *dermatitis* kontak *alergika*

sering membuat putus asa penderitanya adalah terjadinya gangguan pigmentasi. Kelainan warna kulit ini dapat terjadi akibat peradangan kulit sebelumnya (misal didahului reaksi alergi, reaksi iritasi atau fotosensitisasi akibat bahan pewangi atau bahan pewarna yang terdapat dalam kosmetik). Respon gangguan pigmentasi ini lebih banyak diderita oleh orang yang berkulit gelap.

### 3.4 Tabir Surya

Tabir surya (*sunscreen*) adalah sediaan kosmetik yang komponennya/formulanya mengandung senyawa kimia yang dapat menyerap dan memantulkan cahaya matahari pada permukaan kulit manusia. Paparan sinar matahari berguna bagi kesehatan manusia dalam proses pembentukan vitamin D dari provitamin D (*7-dehidroksikolesterol*), yang diperlukan tubuh untuk menjaga kesehatan tulang. Kekurangan vitamin D pada anak-anak dapat menyebabkan *rachitis* dan *keliosis*. Sedangkan pada orang dewasa dapat menyebabkan *osteomalasi*.

Paparan cahaya matahari yang berlebihan dapat menyebabkan terbakar surya dan eritema. Akibat yang lebih buruk adalah membuat kulit menua dini, prekanker dan kanker kulit. Terbakar surya dan eritema, disebabkan oleh cahaya ultraviolet. Cahaya UV A menyebabkan pigmentasi cepat dan sedikit eritema. UV B menyebabkan eritema (1000 kali lebih besar daripada UVA) dan sedikit pigmentasi cepat. Ini merupakan bagian cahaya UV yang paling berbahaya. UV C hanya menyebabkan eritema saja. Tetapi cahaya ini tidak mencapai permukaan bumi karena tersaring oleh lapisan ozon.

Tetapi, dengan semakin tipisnya lapisan ozon, persentase radiasi sinar ultraviolet (UV) yang sampai ke bumi semakin besar. Cahaya matahari sampai di bumi dalam tiga bentuk: inframerah, cahaya yang bisa terlihat, dan ultraviolet. Ultraviolet diklasifikasikan terbagi menjadi tiga kategori: UVA (320-400 nm), juga dikenal sebagai cahaya 'hitam', yang menyebabkan kulit menggelap (tanning) dan penuaan dini. UVB (290-320 nm), yang menyebabkan kerusakan kulit berupa *sunburn* dan kanker kulit. UVC (100-280 nm), disaring oleh lapisan atmosfer dan tidak sampai ke bumi. Sebanyak 99 % radiasi sinar UV matahari pada ketinggian permukaan laut adalah UVA!

Namun, UVB adalah penyebab akan munculnya masalah kulit yang diakibatkan sinar matahari: penuaan, keriput, kanker, dan sebagainya. Radiasi sinar UV bisa dipantulkan oleh beragam permukaan (misalnya air, kaca, salju, dan pasir) yang bisa menguatkan efek UV tersebut. Contohnya, salju memantulkan 90% dan pasir memantulkan 20% sinar UV. Selain menghindari cahaya matahari langsung dan mengenakan pakaian yang menutupi kulit semaksimal mungkin, tabir surya (*sunscreen/sunblock*) merupakan pilihan yang efektif untuk menangkis cahaya matahari yang merusak ini. Tabir surya bisa berbentuk losion, krem, alas bedak, sprej, pelembab bibir, dan sebagainya.

Syarat-syarat substansi tabir surya yang ideal adalah :

1. mampu menyerap cahaya matahari pada daerah 290-320 nm.
2. stabil terhadap panas, cahaya dan keringat.
3. Tidak toksid dan tidak mengiritasi.
4. Bersifat netral.

5. Tidak cepat terabsorpsi kulit.
6. Mudah larut dalam bahan pembawa.

Macam-macam tabir surya:

1. berdasarkan bentuk sediaan, dibedakan menjadi tabir surya berminyak, tak berminyak dan emulsi. Tabir surya berminyak bersifat tahan terhadap keringat saat berjemur dan tahan air saat berenang, selain itu dapat digunakan sebagai pelembab, minyak nabati biasa digunakan dalam sediaan ini karena mampu menyerap cahaya UV. Formula tabir surya tak berminyak sering dipakai karena tidak lengket dikulit dan tidak memberikan noda minyak, sediaan semacam ini biasa dicampur dengan minyak mineral (*isopropyl miristat*) dalam alkohol. Sehingga setelah alkoholnya menguap memberikan lapisan film dikulit yang tahan terhadap air, sedangkan tabir surya bentuk emulsi bersifat seperti sediaan berminyak atau tak berminyak tergantung dari tipe emulsinya
2. berdasarkan teknik pemakaiannya, dibagi menjadi tabir surya sistemik dan tabir surya topical. Tabir surya sistemik sering menimbulkan sensitisasi maka jarang digunakan.
3. Berdasarkan cara kerjanya, dibedakan menjadi tabir surya fisis dan tabir surya kimiawi. Formula tabir surya fisis mengandung substansi yang dapat memantulkan cahaya ultraviolet karena sifat fisis partikel-partikelnya. Substansi semacam ini misalnya kalsium karbonat, seng oksida, magnesium oksida, kaolin dan talk. Formula tabir surya kimiawi menyerap energi pada panjang gelombang tertentu. Jadi tabir surya kimiawi

bertindak sebagai *filter* terhadap spektrum cahaya tertentu. Berdasarkan spektrum cahaya yang dihambatnya tabir surya ini masih dibagi menjadi tabir surya UV A dan tabir surya yang luas (UVA + UVB). Substansi yang dapat bertindak sebagai *filter* cahaya ultraviolet B adalah :

- a. Turunan asam *p-aminobenzoat* (PABA), seperti *amildimetil PABA*, *Oktildimetil PABA*, *gliseril p-aminobenzoat*.
- b. Turunan *salisilat*, seperti *asam benzil salisilat*, dan *homosalat*.
- c. Turunan *bensofenon*, *dioksibenson*, *meksenon*, dan *sulisobebson*.
- d. Turunan *antranilat*.
- e. Turunan *sinamat*.

*Bensofenon* dan *antranilat* selain mengabsorpsi cahaya ultraviolet B juga menyerap cahaya ultraviolet A.

### 3.5 Sun Protecting Factor (SPF)

Kemampuan tabir surya melindungi kulit dan paparan cahaya matahari dinyatakan dengan istilah faktor pelindung surya (*sun protecting factor*) yaitu perbandingan antara dosis eritema minimal (DEM) kulit yang diolesi tabir surya dan DEM kulit yang tidak diolesi tabir surya. Dosis eritema minimal adalah jumlah energi terkecil per  $\text{cm}^2$  dari suatu spektrum cahaya matahari yang masuk memberikan respon eritema pada  $1 \text{ cm}^2$  kulit yang disinari. SPF menunjukkan perlindungan tabir surya terhadap sinar UV B saja. belum ada standarisasi label bagi sinar UV A. SPF menunjukkan berapa lama kulit bisa mentolerir sinar matahari sehingga tidak timbul kemerahan pada kulit. Misalnya, jika kulit mengalami perubahan warna dari normal menjadi kemerahan dalam waktu 10

menit tanpa memakai perlindungan apapun, maka dengan tabir surya SPF 15, pemakai tabir surya SPF 15 bisa menikmati sinar matahari 15 kali lebih lama (150 menit). Nilai SPF ini berkisar antara 0 sampai 100, dan kemampuan tabir surya yang dianggap baik berada diatas 15. Setelah waktu 150 menit berlalu, masa perlindungan tabir surya sudah habis. Tingkat kemampuan tabir surya dibagi menjadi berapa golongan, sebagai berikut :

1. Minimal bila SPF antara 2-4, contoh salisilat, antranilat.
2. Sedang, bila SPF antara 4-6, contoh sinamat, benzofenon.
3. Ekstra, bila SPF antara 6-8, contoh derivat PABA.
4. Maksimal bila SPF antara 8-15 contoh PABA.
5. Ultra, bila SPF lebih dari 15 contoh kombinasi PABA, non PABA, dan fisik (Wasitaatmadja, 1997).

### 3.6 Cahaya Matahari

Cahaya matahari merupakan radiasi elektromagnetik yang dipancarkan oleh permukaan matahari. Energi yang dipancarkan mulai dari yang berenergi tinggi sampai yang berenergi rendah, yaitu cahaya ultraviolet , cahaya tampak, dan cahaya infra merah. Dari cahaya tersebut yang paling merugikan kepentingan manusia adalah cahaya ultraviolet. Cahaya ultraviolet yang panjang gelombangnya kurang dari 200 nm jumlahnya kurang dari 1 % dari seluruh cahaya yang dipancarkan oleh matahari dari jumlah itu dalam perjalanannya kebumi telah diserap oleh lapisan ozon yang terdapat pada lapisan atmosfer bumi. Tebal tipisnya ozon dipengaruhi oleh letak lintang, musim, waktu, dan polusi udara. Selain tebal tipisnya lapisan ozon, besarnya energi cahaya yang sampai

kepermuakaan bumi yang dipengaruhi oleh tebal tipisnya udara, hamburan, awan, dan keadaan permukaaan bumi.

Cahaya sebagai radiasi elektromaknetik mempunyai dua sifat, yaitu sebagai partikel dan sebagai gelombang. Peristiwa pembiasan, pemantulan, dan Interferensi merupakan contoh cahaya sebagai gelombang. Sebagai pertikel cahaya terdiri atas partikel-partikel dengan ciri-ciri tertentu yang disebut foton. Foton merupakan berkas energi yang bergerak dalam ruang dengan kecepatan cahaya dan dapat berinteraksi dengan materi. Sebagai gelombang radiasi elektromaknetik terdiri dari dua komponen, yaitu komponen listrik dan magnetik. Kedua komponen ini bergerak pada bidang yang saling tegak lurus, dan kedua bidang itu saling tegak lurus pula terhadap arah rambatnya. Untuk menyatakan sifat gelombang digunakan parameter, panjang gelomnbang ( $\lambda$ ), periode (T), frekuensi ( $\nu$ ), kecepatan (C), dan bilangan gelombang (V). Hubungan antara panjang frekuensi dan kecepatan cahaya adalah:

$$\lambda \cdot \nu = C/n \dots\dots\dots(1)$$

$$\nu = 1/\lambda = \nu \cdot n/C \dots\dots\dots(2)$$

dimana C = Kecepatan cahaya dalam ruang hampa ( $3 \cdot 10^{10}$  cm/detik).

n = indeks bias.

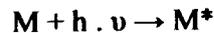
Untuk menggambarkan interaksi antara radiasi elektromagnetik dengan materi digunakan pengertian pancaran foton. Jika radiasi elektromagnetik dengan materi akan terjadi pemindahan energi. Besarnya energi yang dipindahkan setiap foton berbanding lurus dengan frekuensinya. Dirumuskan sebagai :

$$E = h \cdot \nu \dots\dots\dots(3)$$

dimana  $E$  = energi dalam erg.

$$h = \text{tetapan planck's } (6,624 \cdot 10^{-24} \text{ erg.detik})$$

materi yang menyerap cahaya ultraviolet dan cahaya tampak akan tereksitasi dari tingkat dasar ke tingkat tereksitasi.



Untuk  $M^*$  sangat pendek ( $10^{-8} - 10^{-9}$  detik). lalu mengalami relaksasi dengan melepaskan energi atau panas.



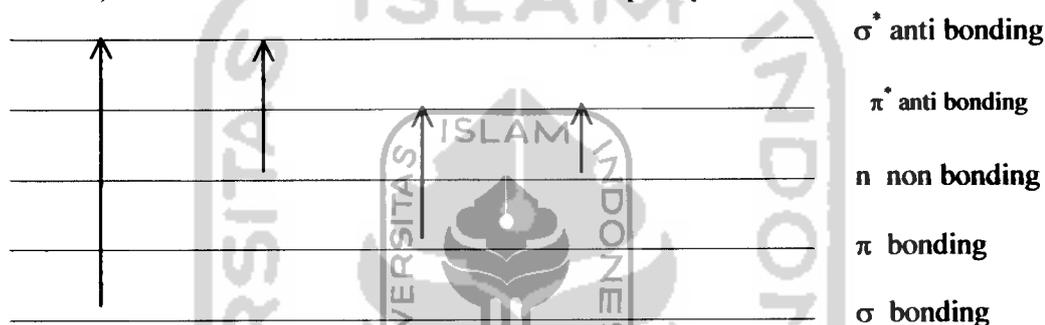
Pada saat relaksasi dapat terjadi reaksi fotokimia yang menghasilkan senyawa baru. Kemungkinan lain pada saat relaksasi terjadi pemancaran energi kembali energi yang berupa *fluoresensi* dan *fosforesensi*.

Berdasarkan teori orbital elektron dibagi menjadi tiga macam (Connor, 1967):

1. Elektron sigma ( $\sigma$ ), yaitu elektron yang menempati orbital molekul ikatan yang menyebabkan terjadinya ikatan tunggal yang disebut ikatan sigma, untuk mengeksitasi elektron ini diperlukan energi yang tinggi pada daerah ultraviolet vakum.
2. Elektron phi ( $\pi$ ), yaitu elektron yang terdapat pada ikatan rangkap. Di dalam molekul senyawa organik rangkap terdapat dua macam ikatan orbital molekul yaitu orbital sigma ( $\sigma$ ) dan orbital phi ( $\pi$ ) untuk mengeksitasi elektron phi dapat disebabkan oleh cahaya ultraviolet dan cahaya tampak.

3. Elektron non ikatan (n), yaitu elektron valensi yang tidak berperan dalam ikatan kimia, elektron ini terdapat pada atom oksigen, nitrogen, sulfur dan halogen.

Transisi elektron yang mungkin terjadi adalah  $\sigma \rightarrow \sigma^*$ ,  $n \rightarrow \sigma^*$ ,  $\pi \rightarrow \pi^*$ , dan  $n \rightarrow \pi^*$ . Besarnya energi untuk mengeksitasi elektron tergantung selisih energi ( $\Delta E$ ), keadaan dasar dan keadaan tereksitasi, urutan tingkat energi untuk transisi,  $\sigma \rightarrow \sigma^* > n \rightarrow \sigma^* > \pi \rightarrow \pi^* > n \rightarrow \pi^*$ . Seperti pada Gambar 4.



Gambar 4. Transisi elektronik

Besarnya energi untuk transisi  $\sigma \rightarrow \sigma^*$  hanya dapat dieksitasi oleh radiasi ultraviolet vakum dan transisi  $n \rightarrow \sigma^*$  terjadi pada daerah 150 – 250 nm. Dengan demikian cahaya ultraviolet dan cahaya tampak hanya dapat mengeksitasi transisi  $n \rightarrow \pi^*$  dan  $\pi \rightarrow \pi^*$ . Itulah sebabnya senyawa yang mempunyai elektron n dan  $\pi$  dalam strukturnya, stabilitasnya dipengaruhi cahaya tampak dan ultraviolet.

### 3.7 Spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometri merupakan salah satu cabang analisis instrumen yang mempelajari interaksi antara atom atau molekul dengan radiasi elektromagnetik. Interaksi antara atom atau molekul dengan radiasi elektromagnetik dapat berupa hamburan (*scattering*), serapan (*absorbtion*), emisi (*emission*). Interaksi antara

radiasi elektromagnetik dengan atom atau molekul yang berupa absorpsi melahirkan spektrofotometri absorpsi antara lain spektrofotometri ultraviolet (UV), spektrofotometri sinar tampak (Vis), Spektrofotometri infra merah (IR).

Spektrofotometri ultraviolet yang dipakai untuk aplikasi kuantitatif menggunakan radiasi dengan panjang gelombang 380-780 nm. Molekul yang dapat memberikan absorpsi yang bermakna pada daerah panjang gelombang 200-780- nm adalah molekul-molekul yang mempunyai gugus kromofor dan gugus auksokrom. Gugus kromofor adalah gugus fungsi yang mempunyai spektrum absorpsi karakteristik pada daerah ultraviolet atau sinar tampak. Gugus ini mengandung ikatan kovalen tidak jenuh (rangkap dua atau tiga), contohnya C=C, C=O, N=O, N=N. Gugus auksokrom adalah gugus yang dapat meningkatkan absorpsi dari suatu molekul, contohnya OH, NH<sub>2</sub>, CH<sub>3</sub>.

Jika radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang antara 200-300 nm dikenakan pada molekul-molekul yang mempunyai gugus tersebut maka terjadi absorpsi dari radiasi elektromagnetik itu oleh molekul-molekul tadi dan mengakibatkan terjadinya transisi elektron dari tingkat energi yang lebih rendah ke tingkat energi yang lebih tinggi (eksitasi). Besarnya energi radiasi elektromagnetik yang dibutuhkan untuk terjadinya eksitasi elektron pada suatu molekul adalah tertentu dan ini bervariasi antara molekul yang satu dengan molekul yang lain, tergantung pada tipe elektron dari molekul tersebut (Kok, 1997).

Apabila seberkas cahaya dilewatkan melalui larutan dengan tebal  $b$  cm, maka cahaya itu setelah keluar dari larutan, intensitasnya akan berkurang karena

adanya cahaya yang diserap oleh partikel-partikel didalam larutan. Apabila cahaya yang masuk mula-mula memiliki intensitas sebesar  $I_0$  setelah melalui larutan setebal  $b$  cm, intensitas menjadi  $I_t$ . Berkurangnya intensitas cahaya dalam larutan berbanding langsung dengan konsentrasi dan tebal larutan, dirumuskan sebagai berikut :

$$\frac{I_t}{I_0} = -k c b$$

$$\frac{dI_t}{I_0} = -k c db$$

$$\int_{I_0}^{I_t} \frac{dI_t}{I_0} = -k \int_0^b db c$$

$$\ln \frac{I_t}{I_0} = -k b c$$

$$2,303 \log \frac{I_t}{I_0} = -k b c$$

$$-\log \frac{I_t}{I_0} = \frac{k b c}{2,303}$$

Apabila :

$$-\log \frac{I_t}{I_0} = -\log T = A \text{ dan } \frac{k}{2,303} = a$$

Maka :

$$A = a b c$$

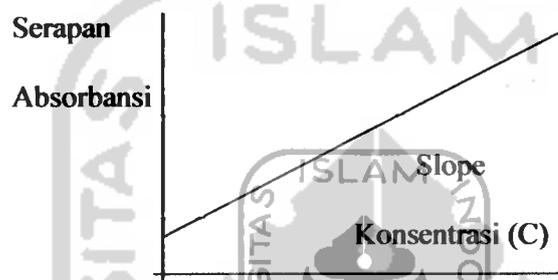
Persamaan ini dikenal sebagai hukum Lambert – Beer

Dimana :  $A$  = Absorpsi       $b$  = Tebal kuvet       $c$  = konsentrasi (mg/L)

$T$  = Transmittansi       $a$  = Absorptivitas       $k$  = Tetapan perbandingan

Berdasarkan persamaan tersebut, pada ketebalan kuvet ( $b$ ) tertentu, hubungan antara konsentrasi senyawa dengan kemiringan (*slope*). Hal ini dapat dijelaskan pada gambar 5. Hukum Lambert – Beer dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi dari suatu substansi penyerap yang terdapat dalam suatu

cuplikan (sampel), jika koefisien absorpsi dari substansi penyerap dan ketebalan medium yang digunakan untuk wadah cuplikan diketahui, atau dapat juga dengan cara dibuat grafik antara beberapa konsentrasi substansi penyerap terhadap serapan atau absorbansinya. Grafik ini akan berupa garis lurus (garis regresi), setelah dilakukan pengukuran terhadap serapan (absorbansi) dari substansi penyerap tersebut.



Gambar 5. Hubungan konsentrasi dengan Absorbansi

Secara garis besar konfigurasi dari suatu spektrofotometer UV-Vis adalah sebagai berikut :



Gambar 6. Instrumentasi Spektrofotometer UV-VIS

Keterangan : RS = *Radiation Source*

D = *Detector*

M = *Monochromator*

A = *Amlifier*

SC = *Sample Compartment*

VD/R = *Visual Display /*

*Recorder*

Sumber Radiasi (*Radiation Source*) berguna untuk memberikan radiasi dengan rentang panjang gelombang tertentu. Untuk daerah ultraviolet umumnya digunakan lampu hidrogen atau lampu deuterium, sedangkan untuk daerah sinar

tampak umumnya digunakan lampu tungsten. Monokromator (*Monochromator*) berfungsi untuk mengubah radiasi polikromatis yang dipancarkan oleh sumber radiasi menjadi radiasi monokromatis. Tempat Cuplikan (*Sample Compartment*) berfungsi untuk meletakkan wadah cuplikan (sel/kuvet). Jadi cuplikan dimasukkan ke dalam sel/kuvet dan kuvet ini diletakkan pada sample compartment untuk diukur kadarnya. Detektor (*Detector*) berfungsi untuk mengubah signal radiasi yang diterima menjadi signal elektronik. Penguat (*Amplifier*) berfungsi untuk menguatkan signal elektronik yang ditransfer oleh detektor. Layar visual (*Visual Display*)/Pencatat (*Recorder*) berfungsi untuk menampilkan hasil pengamatan.

### 3.8 Spektrofotometri Infra Merah

Bagian pokok dari spektrofotometer infra merah adalah sumber cahaya infra merah, monokromator, dan detektor. Cahaya dari sumber dilewatkan melalui cuplikan, dipecah menjadi frekuensi-frekuensi individunya dalam monokromator dan intensitas relative dari frekuensi individu diukur oleh detektor. Sumber yang umum digunakan adalah merupakan batang yang dipanaskan oleh listrik yang berupa : Nernst glower (campuran oksida dari Zr, Y, Er, dan sebagainya), Globar (silikon karbida), dan berbagai bahan keramik.

Monokromator, prisma dan grating keduanya dapat digunakan. Kebanyakan prisma yang digunakan adalah NaCl, hal ini disebabkan karena NaCl hanya transparan dibawah  $625\text{ cm}^{-1}$ , sedang halida logam lain harus digunakan pada pekerjaan dengan frekuensi yang rendah. Grating dan prisma mempunyai peranan dan meresolusi spectra dan dapat dibuat dari bermacam-macam bahan.

Pada umumnya grating memberikan hasil yang lebih baik daripada prisma pada frekuensi yang tinggi. Alat yang modern kebanyakan menggunakan detektor "Thermopile" dasar kerjanya, jika 2 kawat logam berbeda dihubungkan antara ujung kepala dan ekor menyebabkan adanya arus yang mengalir dalam kawat. Dalam spectrometer IR arus ini akan sebanding dengan intensitas radiasi yang jatuh pada *thermopile*.

### 3.9 Kromatografi lapis tipis (KLT)

Kromatografi lapis tipis (KLT) merupakan teknik yang bermanfaat untuk melakukan analisis kemurnian dan identifikasi suatu komponen yang terdapat dalam suatu campuran. Namun dalam perkembangannya KLT saat ini dapat juga untuk melakukan analisis kuantitatif atau menentukan jumlah suatu zat kimia tertentu dengan hasil yang cukup baik.

#### Fase Diam (*Stationary Phase*)

Dua sifat penting yang harus dimiliki oleh penyerap/fase diam yaitu ukuran partikel dan homogenitasnya. Partikel yang biasanya digunakan adalah 1-25 mikron. Partikel yang terlalu kasar kurang baik dalam pemisahannya sedangkan apabila terlalu halus mengakibatkan aliran pelarut menjadi sangat lambat.

Tabel 1. Jenis fase diam yang digunakan dalam KLT

Zat Padat	Digunakan untuk identifikasi dan analisis
Silika	Asam amino, Alkaloid, lipida, gula, minyak atsiri, terpenoid dll.
Alumina	Alkaloid, zat warna, fenol, steroid, vitamin, karoten.
Kieselguhr	Oligosakarida, trigliserida, steroid, lemak.
Selulose	Asam amino, alkaloid, nukleotida.
Pati	Asam amino
Sephadex	Asam Amino, protein.

#### Fase Gerak/ Solven

Menurut Zubrick, KLT dan kromatografi secara umum tergantung solubilitas relative senyawa dan afinitasnya terhadap fase gerak (solvent organik) dan fase diam. Oleh karena itu hasil yang baik akan diperoleh jika kita mengetahui senyawa yang akan dianalisis yaitu sifat kimia fisiknya terutama solubilitasnya dalam berbagai solvent. Molekul baik solvent ataupun fase diam akan berinteraksi satu sama lain. Prinsip umum dalam solubilitas adalah: *Like dissolves like*.

Untuk menghasilkan pemisahan yang baik, biasanya solvent yang digunakan adalah campuran 2-3 solvent dengan polaritas yang berbeda satu sama lain tergantung tujuan untuk identifikasi dan analisis senyawanya.

Identifikasi Spot. Identifikasi spot dalam KLT dapat digunakan beberapa metode.

Metode yang paling murah adalah dengan cara membandingkan antara harga  $R_f$  sample yang dianalisis dengan standar senyawa.

$$R_f = \frac{\text{Jarak yang ditempuh oleh spot (A)}}{\text{Jarak yang ditempuh solven (B)}}$$

Jika harga  $R_f$  nya hampir atau mendekati sama maka dapat dikatakan senyawa tadi sejenis. Adapun cara lain untuk mengetahui adalah dengan cara melakukan visualisasi spot yaitu dengan cara:

a. Non Destruktif (sinar UV)

Yaitu menggunakan lampu UV pada panjang gelombang 254 nm untuk mendeteksi adanya cincin aromatis, ikatan rangkap terkonjugasi yang dapat mengabsorpsi sinar UV. Spot kelihatan ungu gelap dengan latar belakang hijau kekuningan.

b. Destruktif (Pereaksi semprot)

Metode ini menggunakan reaksi semprot yang mana pereaksi tadi dapat menyebabkan komponennya menjadi rusak karena terjadi interaksi dengan senyawa.

Metode analisis secara kuantitatif dalam KLT dapat dikelompokkan menjadi 2 yaitu:

a. Metode langsung

Komponen yang ada pada plate langsung diuji dengan perbandingan visual luas area dengan densitometri.

b. Metode tidak langsung

Komponen yang ada pada plate dikerok kemudian dilarutkan pada pelarut yang cocok untuk kemudian analisis kadarnya dengan alat lain. Alat yang biasa digunakan seperti spektrofotometri UV-Vis, GC, HPLC.

### 3.10 High Performance Liquid Chromatography (HPLC)

High Performance Liquid Chromatography (HPLC) adalah suatu instrumen yang digunakan untuk menganalisis campuran suatu senyawa kimia. HPLC adalah salah satu teknik kromatografi yang menggunakan fase gerak berupa cairan yang bergerak melalui fase tetap. Kromatografi merupakan suatu teknik pemisahan yang didasarkan atas terpartisinya senyawa-senyawa antara fase diam dengan fase gerak. Fase diam yang umum digunakan dalam kromatografi adalah bahan yang bersifat polar, seperti silika, sementara fase geraknya adalah pelarut organik yang kepolarannya kurang bila dibandingkan dengan fase diamnya. Teknik kromatografi seperti ini dikenal dengan kromatografi fase normal, sedangkan jika fase diamnya berupa fase terikat dimana partikel silika ditutupi dengan melapisinya dengan senyawa silena, maka dapat digunakan fase gerak yang non polar, jenis kromatografi ini disebut dengan kromatografi fase terbalik, waktu retensi akan meningkat dengan meningkatnya karakter nonpolar dari suatu senyawa.

Pelarut-pelarut polar seperti air dan metanol merupakan eluen yang banyak digunakan karena lebih murah dibandingkan kebanyakan pelarut-pelarut organik lainnya dan kurang berbahaya jika dibuang ke lingkungan, juga diketahui bahwa beberapa biomolekul yang ditemukan dalam larutan, hanya larut dalam pelarut polar. Senyawa-senyawa tersebut tidak dapat dikromatografi dalam pelarut non

polar. Kalaupun bisa maka diperlukan penyiapan yang ekstensif dan atau membuat turunnya terlebih dahulu.

Prinsip kerja, HPLC dapat bekerja atas kromatografi yang sangat luas yaitu adsorpsi, partisi, pengikat ion, saringan molekul dan afinitas teknik ini sangat efisien, pemisahan cepat, menggunakan sampel sangat sedikit (sampai beberapa piko gram  $10^{-12}$  gram, bahan berupa temtogram  $10^{-15}$  gram saja). Dalam bentuk kolom, perlu adanya bahan pendukung khusus yang padat terisi dalam kolom, tahan tekanan tinggi yang diperlukan sehingga pemisahannya cukup cepat pemisahan komponen sampel terjadi dalam kolom karena adanya interaksi antara komponen sampel dengan fase diam dan fase gerakya komponen yang terpisah di deteksi setelah keluar dari kolom lewat alat detector dan hasilnya berupa puncak-puncak pada kertas pencatat. Dalam kondisi pekerjaan yangntetap, maka waktu dari saat injeksi sampel sampai saat deteksinya selalu sama dan disebut waktu retensi, komponen yang belum dikenal dapat diketahui jenisnya dengan membandingkan waktu sentensi dari senyawa yang telah dikenal atau dengan menggunakan bahan standar (sudarmadji, 1996)

Berikut ini adalah instrumentasi dari suatu HPLC secara umum :



Gambar 7. Instrumentasi HPLC

**Keterangan :****a) Pompa/sistem pengalir fase gerak**

Mendorong atau memompa eluen sehingga dapat mengalir keseluruhan system instrumen dengan laju alir yang konstan. Suatu pompa dengan tekanan tinggi diperlukan untuk mendorong fase gerak hingga kekolom dengan laju alir 0.1-2 ml/menit.

**b) Injektor/*autosampler***

Memasukkan sampel kedalam sistem aliran fase gerak dalam instrument. Sampel dimasukkan kedalam fase gerak melalui injektor baik secara manual ataupun secara otomatis (*autosampler*) yang kemudian akan dipisahkan ddalam kolom.

**c) Kolom**

Tabung *stainless steel* yang telah diisi dengan fase diam yang akan memisahkan apa yang ingin kita ketahui missal *caffeine* dari senyawa yang lain misal gula.

**d) Detektor**

Suatu sensor optik yang akan mendeteksi perubahan secara karakteristik solven yang melaluinya.

**e) Data sistem**

Unit utama yang mengatur semua sistem komponen dalam HPLC. Menyimpan, memproses serta menyajikan data hasil analisis.

### 3.11 Hipotesis

Dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis diduga dalam produk tabir surya SPF antara 15 mengandung bahan Oktil N,N-dimetil PABA yang mempunyai tingkat kemampuan maksimal menyerap sinar ultraviolet.



## BAB IV

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 4.1 Alat dan Bahan

##### 4.1.1 Alat yang digunakan

1. Peralatan gelas laboratorium : erlemeyer, gelas beker, gelas ukur, pengaduk, corong, labu ukur, pipet kapiler.
2. Corong Pisah
3. Pengaduk *stirrer*
4. Spektrofotometer UV-Vis HITACHI U-2010
5. Lampu UV dengan panjang gelombang 254 nm

##### 4.1.2 Bahan-bahan

1. Produk tabir surya Pabanok berbentuk krim, berisi : *titanium dioxide 5%, padimate "O" 7%, oxybenzone 3%, dioxybenzone 3%*.
2. Produk tabir surya X berbentuk krim, berisi : *purif water, phenylbenzimidazole, sulfonic acid 3.75 %, disodium phenyl dibenzimidazole, tetra sulfonate 1,5 %, propylene glycol, polyplant anti inflammation extrack, sodium PCA, methyl-ethyl-propyl-butyl-paraben, phenoxyethanol, acrylates / C10-30 , alkyl acrylate crosspolymer, triethanolamine, menthyl triethanolamine, menthyl lactate.*

3. Produk tabir surya Y berbentuk krim, berisi : *octyl methoxycinnamate* 6%, *benzophenone-3* 3%, *vitamin E* 0,2%, *cetyl alkohol*, *paraffin liquidum*, *trietanolamin*, *carbopolo ultrez* dan *parfum*.
4. Produk tabir surya Z berbentuk *lotion*, berisi : *padimate "O"* 7%, *oxybenzone* 3%.
5. Methanol pro analisis (E. Merck)
6. Petroleum eter pro analisis (E. Merck)
7. Aquadest
8. Silika gel 60 F<sub>254</sub>
9. Etanol pro analisis (E. Merck)
10. Tween 80
11. CHCl<sub>3</sub>

## 4.2 Cara Kerja

### 4.2.1 Ekstraksi bahan standard

- 1) Ditimbang 15 gr produk pabanox dalam gelas beker 250 ml, kemudian ditambahkan 50 ml Petroleum Eter.
- 2) Campuran tersebut dituang kedalam corong pisah 250 ml kemudian diekstrak selama 15 menit
- 3) Residu hasil ekstrak ditambahkan 25 ml metanol
- 4) Disaring dengan kertas saring
- 5) Filtrat diuapkan dengan evaporator pada suhu 64-65°C sampai dihasilkan ekstrak kental.

#### 4.2.2 Uji kelayakan bahan standar

##### 4.2.2.1 Uji dengan Infra Red (IR)

Ekstrak kental yang dihasilkan dari ekstraksi diatas dianalisis dengan Infra-Red (IR) untuk mengetahui gugus fungsinya.

##### 4.2.2.2 Mengukur $\lambda_{maks}$ dan kurva kalibrasi dengan spektrofotometer UV-Vis

###### 1) Membuat larutan induk (1000 ppm)

Diambil ekstrak sebanyak 10 mg sampel lalu dilarutkan dengan metanol, dimasukkan kedalam labu ukur 10 ml dan ditambahkan metanol sampai tanda batas.

###### 2) Menentukan $\lambda_{maks}$

Larutan induk diencerkan menjadi 50 ppm yaitu dengan mengambil 2,5 ml larutan induk dalam labu ukur 50 ml, lalu ditambahkan metanol sampai tanda batas. Lalu diukur  $\lambda_{maks}$  dengan spektrofotometer UV-VIS pada rentang 200-400 nm.

###### 3) Pembuatan kurva kalibrasi

Dibuat larutan standar dengan konsentrasi (0,5, 5,5, 10,5, 15,5, dan 20,5) ppm, dari larutan standar 50 ppm. Setiap konsentrasi larutan diukur absorbansi maksimumnya dengan spektrofotometer UV-VIS pada panjang gelombang maksimum 308,5 nm.

##### 4.2.2.3 Uji Kromatografi Lapis Tipis (KLT) untuk mendeteksi adanya cincin aromatis

Diambil 0,5 gr produk pabanox dilarutkan dalam 25 ml pelarut etanol, lalu ditambahkan 0,5 ml Tween 80, kemudian dipanaskan pada suhu 60°C

selama 10 menit, dilanjutkan dengan mengocok selama 30 detik dan di ultrasonik pada suhu kamar selama 10 menit, didinginkan, dipindahkan kedalam labu ukur 50 ml, lalu ditambahkan etanol sampai tanda batas. Kemudian larutan tersebut diencerkan sebanyak 10x dengan cara mengambil 1 ml dalam labu ukur 10 ml, dan ditambahkan etanol sampai tanda batas. Setelah disaring, larutan ditotolkan pada plat KLT, lalu dielusi dengan jarak rambat sepanjang 7 cm, dengan eluen methanol :  $\text{CHCl}_3$  (1:5). Setelah dielusi plat diletakkan dibawah sinar UV dengan panjang gelombang 254 nm.

#### 4.2.2.4 Uji dengan HPLC

Dengan larutan dilakukan uji untuk mendeteksi senyawa oktil N,N-dimetil PABA dengan instrumentasi HPLC.

#### 4.2.3. Preparasi Sampel

1. Sampel ditimbang sebanyak 50 mg didalam erlenmeyer, kemudian ditambahkan 25 ml methanol, lalu diaduk hingga campuran menjadi homogen.
2. Campuran dituang kedalam corong pisah.
3. Erlenmeyer dibilas dengan 12,5 ml methanol, lalu dituangkan kedalam corong pisah yang berisi campuran.
4. Campuran diekstraksi dengan menambahkan 12,5 ml petroleum eter. Kemudian diamati apakah terbentuk dua lapisan.
5. Lapisan bawah yang terbentuk dipisahkan dalam gelas beker.
6. Ulangi langkah 4 dan 5 sekali lagi.

7. Hasil ekstraksi disaring kemudian dituangkan kedalam labu ukur 50 ml dan ditambahkan metanol sampai tanda batas.
8. Langkah 1-7 berlaku untuk setiap sampel.

#### 4.2.4. Pengukuran Panjang Gelombang Maksimum dan Absorbansi Sampel.

1. Diambil 1 ml larutan hasil preparasi dimasukkan dalam labu ukur 10 ml kemudian ditambahkan metanol sampai tanda batas.
2. Diukur panjang gelombang maksimumnya dengan spektrofotometer UV-VIS pada rentang 200-400 nm.
3. Larutan diukur absorbansi maksimumnya dengan spektrofotometer UV-VIS pada panjang gelombang maksimum 308,5 nm.



## **BAB V**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

#### **5.1 Ekstraksi Bahan Standar**

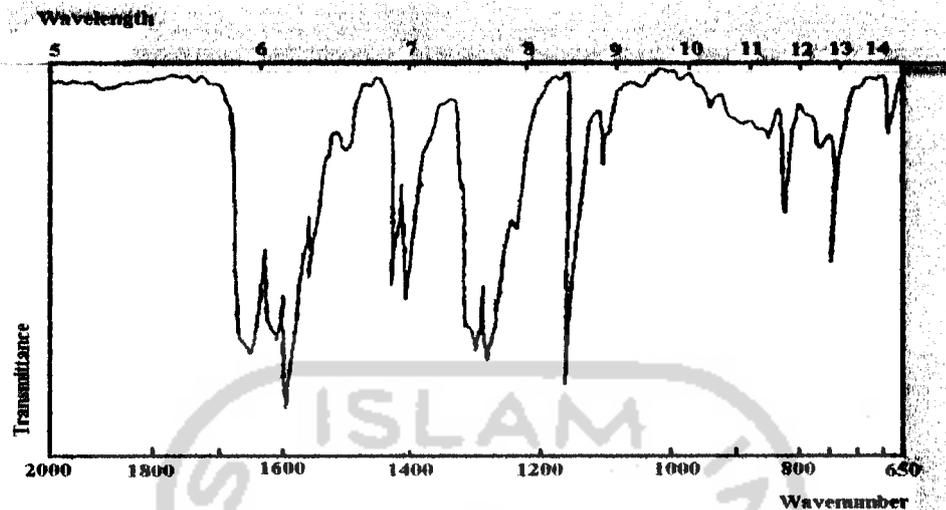
Penelitian ini menggunakan bahan standar yang diperoleh dengan cara mengekstraksi suatu produk tabir surya dengan merk Pabanox dimana didalamnya mengandung bahan kimia oktil N,N-dimetil PABA (Padimate O) sebanyak 7%. Hal ini disebabkan karena peneliti tidak berhasil mendapatkan bahan standar untuk senyawa asam para amino benzoat (PABA) yang seharusnya digunakan dalam penelitian ini, untuk itu dibutuhkan banyak data atau literatur yang bisa memperkuat atau mendukung penggunaan hasil ekstraksi produk Pabanox sebagai bahan standar.

Ekstraksi bahan standar ini dilakukan dengan menimbang 15 gr produk Pabanox dan ditambahkan 50 ml Petroleum Eter didalam sebuah gelas beker 250 ml setelah itu diekstraksi menggunakan corong pisah 250 ml, selama 15 menit, kemudian residu yang didapat ditambahkan dengan 25 ml pelarut etanol, setelah larut lalu disaring menggunakan kertas saring, Filtrat yang dihasilkan diuapkan dengan evaporator pada suhu 64-65°C untuk menghilangkan metanol sampai dihasilkan ekstrak kental menyerupai gel berwarna kuning.

#### **5.2 Identifikasi Bahan Standar**

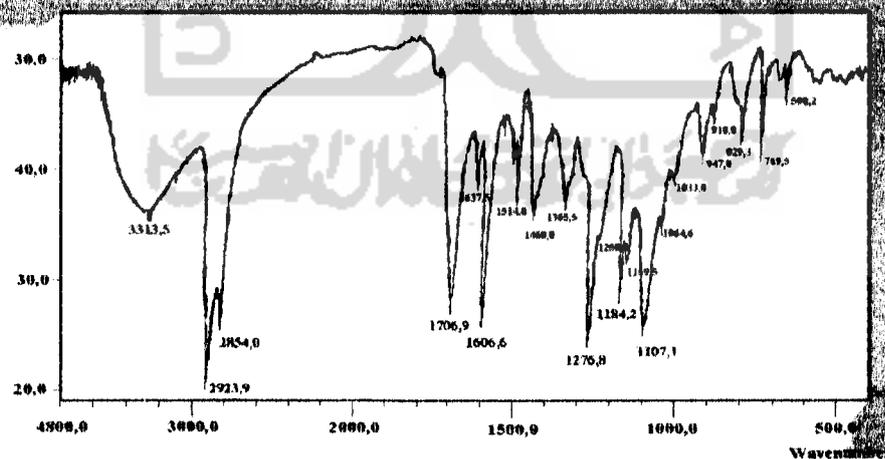
##### **5.2.1 Analisis dengan Spektrofotometri Infra Red (IR)**

Pada penelitian terdahulu, identifikasi senyawa asam para amino benzoat (PABA) menggunakan Infra Red (IR) menghasilkan spektrum pada gambar 8.



Gambar 8. Spektrum IR senyawa Asam Para Amino Benzoat (PABA)

Menurut Clarke's (1986), untuk mengetahui adanya senyawa PABA dengan Infra-Red (IR), terlihat munculnya pita-pita pada frekuensi  $1665\text{ cm}^{-1}$ ,  $1625\text{ cm}^{-1}$ ,  $1597\text{ cm}^{-1}$ ,  $1305\text{ cm}^{-1}$ ,  $1290\text{ cm}^{-1}$ ,  $1168\text{ cm}^{-1}$ . Sedangkan hasil pengukuran larutan Pabanox menggunakan IR dapat dilihat pada gambar 9.

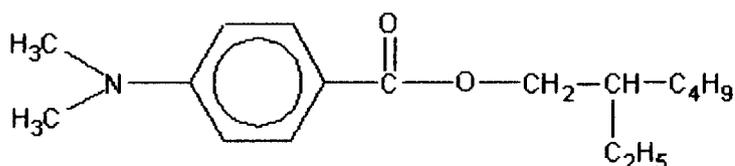


Gambar 9. Spektrum IR senyawa oktil N,N-dimetil PABA

Dari spektrum diatas dapat diinterpretasikan bahwa adanya pita pada daerah  $1706,9\text{ cm}^{-1}$  adalah karakteristik dari gugus  $\text{C}=\text{O}$ , dan diikuti muncul pita lebar didaerah  $3313,5\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan gugus  $\text{O}-\text{H}$ . Perbedaan antara alkohol primer, sekunder, tersier, dan fenol-fenol kemungkinan dalam banyak hal dari kedudukan pita-pita rentangan  $\text{C}-\text{O}$ , pada spektrum diatas pita-pita kuat muncul di daerah serapan  $1276,8\text{ cm}^{-1}$ ,  $1184,2\text{ cm}^{-1}$  dan  $1107,1\text{ cm}^{-1}$  yang berasal dari gugus  $\text{C}-\text{O}$  dari senyawa ester.

Pita lemah didaerah  $1637,5\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus  $\text{C}=\text{C}$  aromatik, yang diperkuat dengan munculnya pita tajam pada daerah  $1606,6\text{ cm}^{-1}$ . Pita-pita kuat pada daerah  $2923,9\text{ cm}^{-1}$  dan  $2854,0\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus  $\text{C}-\text{H}$  alifatik, didukung dengan adanya serapan pada daerah  $1514,0\text{ cm}^{-1}$  dan  $1460\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan lebih dari satu gugus alkil. Dan serapan didaerah  $1365,5\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus metil. Sedangkan adanya tiga pita dibawah  $900\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan sifat dari substitusi dari cincin benzena, Pita disekitar daerah  $830\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya substitusi Para, serapan antara  $800\text{ cm}^{-1} - 700\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan senyawa mengandung rantai alkil yang panjang. Secara umum untuk karakteristik amina aromatik primer yaitu  $\text{N}-\text{H}$  str, hanya ada dua pita yang kadang-kadang terlihat, yaitu pada serapan didaerah sekitar  $1620\text{ cm}^{-1}$  dan  $\text{C}-\text{N}$  str pada  $1280\text{ cm}^{-1}$  (tidak terlihat dalam alkil amina).

Sehingga dapat disimpulkan bahwa didalam larutan tersebut mengandung senyawa turunan PABA, dengan struktur sebagai berikut :

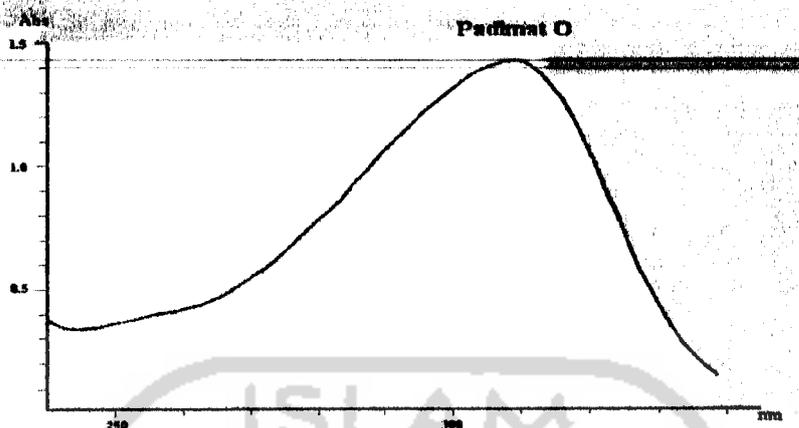


2-ethylhexyl 4-(dimethylamino)benzoate

### 5.2.2 Mengukur $\lambda_{maks}$ dan kurva kalibrasi dengan Spektrofotometer UV-Vis

Penentuan panjang gelombang maksimum ( $\lambda_{maks}$ ) larutan standar sangatlah penting untuk mengidentifikasi sampel yang dianalisis dengan suatu baku pembanding (senyawa standar). Senyawa standar yang dipakai didalam suatu analisis diatur sedemikian rupa sehingga zat yang dianalisis akan mengabsorpsi radiasi pada panjang gelombang tersebut, dan sedapat mungkin tidak dipengaruhi oleh kemungkinan adanya zat pengganggu ataupun adanya variasi dalam prosedurnya.

Penentuan absorbansi maksimum, diawali dengan membuat larutan induk (1000 ppm) dengan mengambil ekstrak sebanyak 10 mg, kemudian direaksikan dengan metanol. Lalu konsentrasi larutan diencerkan menjadi 50 ppm dan diukur  $\lambda_{maks}$  pada daerah ultraviolet pada rentang 200-400 nm. Setelah dilakukan pengukuran, absorbansi maksimum diperoleh pada  $\lambda_{maks}$  308,5 nm. Seperti yang terlihat pada gambar 10.

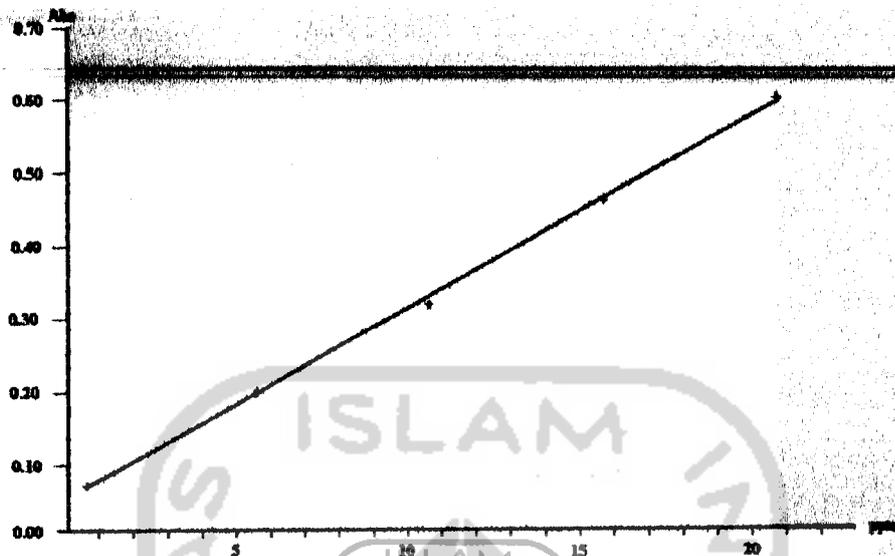


Gambar 10. Panjang gelombang maksimum

$\lambda_{\text{maks}}$  yang dihasilkan dari larutan ekstrak ini hampir sama atau mendekati  $\lambda_{\text{maks}}$  standar oktil N,N-dimetil PABA yang sebenarnya yaitu 310 nm. Selanjutnya saat mengukur absorbansi sampel digunakan panjang gelombang 308,5 nm. Untuk memperoleh kurva kalibrasi standar oktil N,N-dimetil PABA dilakukan pengukuran absorbansi standar dengan konsentrasi larutan yang bervariasi yang ditunjukkan lebih jelas pada tabel 2.

Tabel 2. Variasi konsentrasi dan serapan yang dihasilkan dalam pelarut metanol.

No	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi (A)
1	0,5	0,073
2	5,5	0,204
3	10,5	0,324
4	15,5	0,469
5	20,5	0,610



Gambar 11. Kurva kalibrasi

Apabila dihitung harga koefisien korelasinya, terlihat bahwa dalam daerah konsentrasi yang diamati terdapat hubungan yang jelas antara absorpsi dengan konsentrasi larutan, hal ini ditandai dengan garis linear yang ditunjukkan pada gambar 11, sehingga didapat persamaan regresi linear sebagai berikut, yang digunakan untuk menentukan konsentrasi dari sampel.

Regresi linear ( $R$ ) = 0,9994, slope ( $B$ ) = 0,0268, Intersep ( $A$ ) = 0,0549

Sehingga :  $Y = BX + A$

$$Y = 0,0268X + 0.0549$$

### 5.2.3. Pengujian Menggunakan KLT

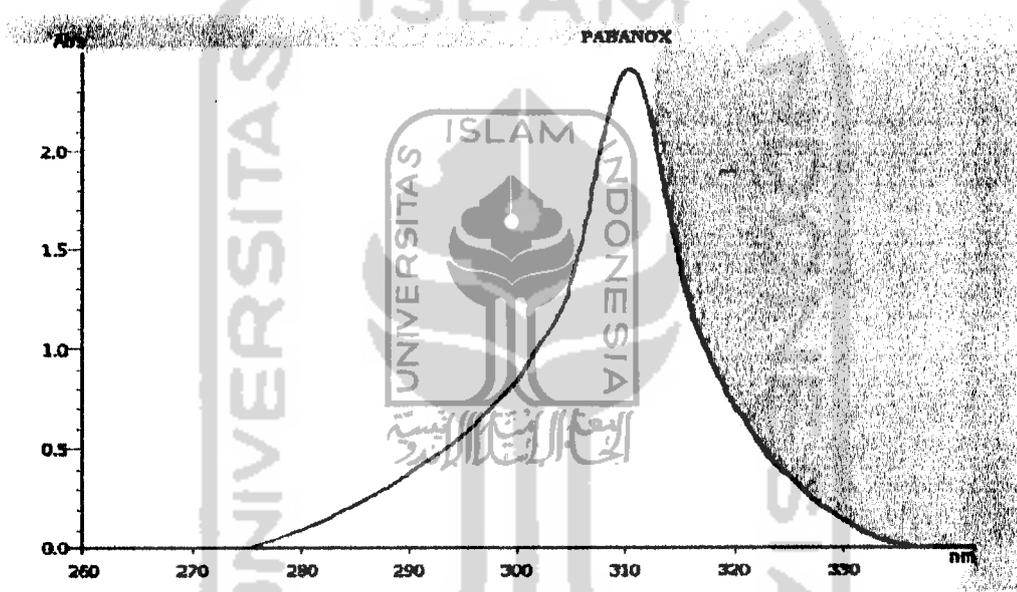
Dalam analisa kromatografi terdapat suatu prinsip umum *LIKE DISSOLVES LIKE*, artinya polar menyukai yang polar, non polar menyukai non polar. Fase diam yang polar akan mengikat lebih kuat komponen yang polar, sedangkan fase diam

yang non polar akan mengikat lebih kuat komponen yang non polar, hal ini berarti juga berlaku untuk fase gerak. Fase gerak yang polar akan melarutkan komponen yang non polar, dalam penelitian ini digunakan plat silika sebagai fase diam dan campuran eluen/pelarut methanol : kloroform (1 : 5)

Sebagai fase gerak campuran eluen tersebut bersifat polar karena unsur-unsur O, Cl pada eluen mempunyai elektronegativitas tinggi apabila unsur-unsur O dan Cl ini digabungkan dengan unsur C akan membentuk suatu gugus, maka gugus tersebut akan menyumbangkan sifat polar pada molekul. Pada etanol sifat polar dan molekul timbul karena adanya gabungan antara atom C dan O yang mempunyai elektronegatifitas tinggi (3,5) begitu juga pada kloroform terdapat unsur Cl yang mempunyai elektronegativitas tinggi (3,0), karena itu kloroform memberikan sifat polar pada molekul.

Senyawa PABA mempunyai molekul polar, karena pada unsur O dan N yang mempunyai elektronegativitas tinggi apabila unsur-unsur tersebut bergabung dengan unsur C akan membentuk gugus, maka akan menyumbangkan sifat polar pada molekul sehingga senyawa PABA dan turunannya dapat larut dalam eluen yang bersifat polar. Fase diam yang digunakan pada analisa ini adalah silika (SiOH) merupakan fase diam yang bersifat polar sehingga dengan adanya fase gerak yang mempunyai kepolaran tinggi, maka komponen PABA dapat terelusi oleh fase gerak dengan cepat. Identifikasi spot bertujuan untuk mengetahui adanya cincin aromatis. Pada larutan Pabanox, nampak bercak berwarna ungu dengan latar belakang hijau kekuningan setelah di sinari dengan lampu ultraviolet.

Setelah di KLT larutan yang ditotolkan pada plat KLT dilakukan pengujian yaitu dengan mengukur panjang gelombang maksimum bahan standar dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada rentang 200-400 nm. Dihilkan panjang gelombang maksimum 310,5 nm yang terlihat pada gambar 12. Yang mendekati panjang maksimum oktil N,N-dimetil PABA yang sebenarnya yaitu 310 nm.



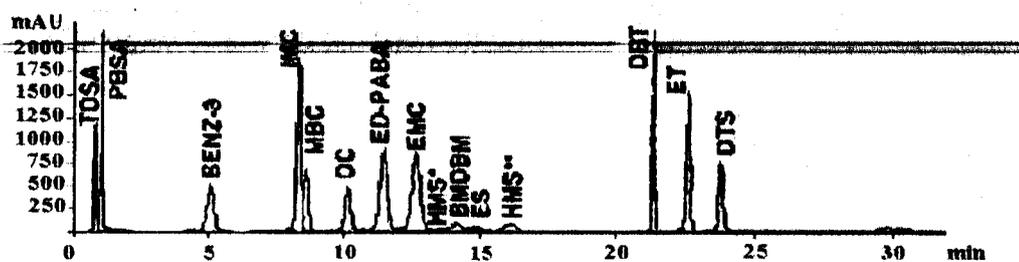
Gambar 12. Spektra panjang gelombang maksimum menggunakan pelarut etanol.

#### 5.2.4 Identifikasi senyawa oktil N,N-dimetil PABA dengan HPLC.

Penentuan dalam analisis kualitatif waktu retensi standar sangatlah penting untuk mengidentifikasi sampel yang dianalisis dengan suatu baku pembandingan (senyawa standar). Sample untuk metode HPLC haruslah berupa cair. Sebelumnya pada sample untuk metode perlu dilakukan penyaringan, dengan menggunakan kertas saring, agar penyaringan lebih sempurna maka dilakukan 2x penyaringan dengan

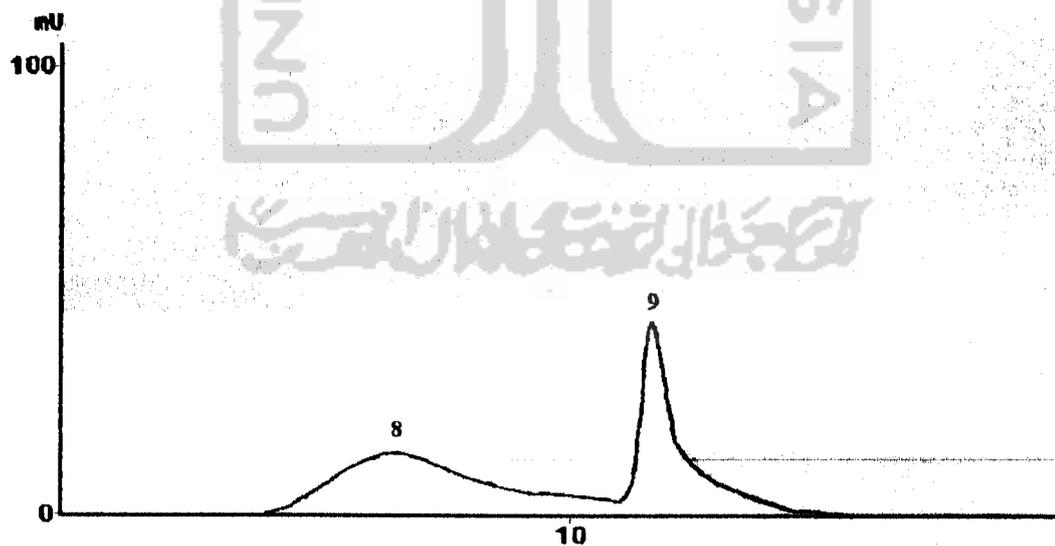
menggunakan *disposable spuit*. Setelah itu larutan siap disuntukkan untuk diuji dengan alat HPLC. Perlu diperhatikan bahwa untuk menggunakan alat ini, tidak boleh ada gelembung-gelembung udara pada sampel tujuannya agar hasil analisis lebih baik tanpa adanya gangguan pada detektor. Pada saat analisis, interaksi yang terjadi didalam kolom antara fase gerak, larutan sample (linarut), dan fase diamnya, dimana jika linarut yang akan dianalisa bersifat lebih menyukai fase diamnya maka akan tertahan lebih lama dan jika linarut lebih menyukai fase geraknya maka akan ikut dengan fase geraknya.

Dalam sebuah jurnal kromatografi yaitu pemisahan 16 UV penyaring dalam produk tabir surya yang beredar dipasaran dengan menggunakan HPLC, dalam kondisi operasi seperti berikut, yaitu fase diam yang digunakan adalah *Oktadesilsilan* ( $C_{18}$ ) yang bersifat non polar dan fase gerak yang digunakan adalah etanol = EDTA (60 = 40 v/v) yang dilakukan pada suhu  $28^{\circ}C$ , dan laju aliran 1.0 ml/min, volume injeksi  $20\mu l$ . detektor sinar ultraviolet pada panjang gelombang 313 nm. dihasilkan kromatogram seperti pada gambar 13, dimana dalam kromatogram tersebut terbaca 16 puncak dengan waktu retensi 1-2 menit, menunjukkan adanya puncak dari senyawa PABA, sedangkan pada waktu retensi 11-12 menit, menunjukkan adanya puncak ED-PABA atau oktil N,N-dimetil PABA.



Gambar 13. Kromatogram dari 16 UV penyaring

Dengan kondisi operasi yang mendekati sama seperti diatas, dengan laju alir 0,8 ml/min dilakukan pemisahan senyawa PABA dari larutan Pabanox dimana menghasilkan kromatogram seperti pada Gambar 14.



Gambar 14. Kromatogram dari larutan pabanox pada konsentrasi  $10^4$  ppm

Puncak yang muncul pada waktu retensi 11,593 menit dengan area sebesar 47.1804 % yang mendekati waktu retensi senyawa oktil N,N-dimetil PABA yang merupakan senyawa turunan PABA. Dari data yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa hasil ekstraksi larutan Pabanox dapat digunakan sebagai larutan standar.

### 5.3 Penentuan kadar oktil N,N-dimetil PABA pada sampel

Berdasarkan ketentuan *food and Drug Administrations (FDA)* yaitu batas kadar maksimum senyawa oktil N,N-dimetil PABA dalam produk tabir surya adalah 8%, penggunaan bahan yang melebihi standar tersebut akan sangat membahayakan jika digunakan oleh pemakai. Maka dilakukan penelitian terhadap kosmetik jenis tabir surya yang banyak dijual bebas dipasaran, dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis. Adapun sampel yang diteliti ada 3 produk, yang diberi simbol X, Y dan Z. Masing-masing sampel mengalami perlakuan yang sama. Langkah awal yang dilakukan adalah mengukur  $\lambda_{maks}$  masing-masing sampel.

Hasil pengukuran  $\lambda_{maks}$  pada sampel X, yaitu 221 nm, dan pada sampel Y, diperoleh  $\lambda_{maks}$  226 nm. Artinya, didalam sampel X dan Y tidak terdapat senyawa oktil N,N-dimetil PABA, karena  $\lambda_{maks}$  yang dihasilkan dari sampel X, Y sangat jauh dari  $\lambda_{maks}$  oktil N,N-dimetil PABA yang sebenarnya yaitu 310 nm. Sedangkan hasil pengukuran  $\lambda_{maks}$  pada sampel Z mendekati dengan  $\lambda_{maks}$  senyawa oktil N,N-dimetil PABA yaitu 310 nm, sehingga untuk memastikannya maka dilakukan pengukuran  $\lambda_{maks}$  pada sampel Z sebanyak tiga kali, secara berturut-turut 310 nm, 310,5 nm, 310,5 nm dan setelah dirata-rata menjadi 310,3 nm, ditunjukkan dalam tabel 3.

Table 3. Panjang gelombang maksimum pada sampel

No	Sampel	Pengukuran	$\lambda_{maks}$
1	X	I	221 nm
2	Y	1	226 nm
3	Z	1	310 nm
		II	310,5 nm
		III	310,5 nm

Keterangan : Spektrum panjang gelombang sampel dapat dilihat pada lampiran.

Berdasarkan data kualitatif yang menunjukkan bahwa senyawa oktil N,N-dimetil PABA hanya terdapat pada produk Z, maka dilakukan analisa lanjut secara kuantitatif pada larutan Z untuk menentukan kadarnya, dengan mengukur absorbansi maksimum dari sampel Z. Absorbansi yang dihasilkan dari pengukuran pada sampel Z, dapat dilihat pada tabel 4.

Tabel 4. Absorbansi sampel Z

No	Hasil pengukuran absorbansi	Absorbansi rata-rata	Absorbansi akhir
1	0,496	0,496	0,469
	0,495		
	0,497		
2	0,520	0,519	
	0,520		
	0,519		
3	0,392	0,392	
	0,392		
	0,92		

Jika absorbansi sampel  $Z = 0,469$  disubstitusikan pada persamaan regresi lineir dengan  $(R) = 0,9994$ , slope  $(B) = 0,0268$ , Intersep  $(A) = 0,0549$ , maka konsentrasi oktil N,N-dimetil PABA, dapat cari dengan menggunakan rumus berikut :

$$Y = BX + A$$

$$0,469 = 0,0268 X + 0,0549$$

$$0,469 - 0,0549 = 0,0268 X$$

$$0,4141 = 0,0268X$$

$$X = 15,451 \text{ mg/L}$$

Konsentrasi senyawa oktil N,N-dimetil PABA adalah 15,451 mg dalam 1000ml pelarut. Jika pengambilan sampel sebanyak 50 mg di dalam pelarutan 50 ml, maka,

$$\text{Berat analit} = \frac{15,451 \text{ mg} \times 50 \text{ ml}}{1000 \text{ ml}}$$

$$= 0,772 \text{ mg,}$$

sehingga kadar senyawa oktil N,N-dimetil PABA yaitu :

$$\text{kadar} = \frac{\text{Berat analit} \times \text{faktor pengenceran}}{\text{Berat sampel yang ditimbang}} \times 100\%$$

$$\text{Kadar} = \frac{0,772 \text{ mg} \times 10}{50 \text{ mg}} \times 100\%$$

$$= 15,44 \%$$

$$= 15,44 \% \text{ (b / b)}$$

Berdasarkan hasil perhitungan dengan menggunakan rumus regresi linier didapat bahwa pada sampel/produk Z memiliki kadar senyawa oktil N,N-dimetil

PABA sebesar 15,44%, sehingga dapat disimpulkan bahwa pada produk Z tidak memenuhi syarat penggunaan senyawa oktil N,N-dimetil PABA yang disesuaikan dengan ketentuan *Food and Drug Administrations (FDA)* yaitu batas kadar maksimum senyawa oktil N,N-dimetil PABA dalam produk tabir surya adalah 8%. Sehingga dapat disimpulkan bahwa tabir surya Z tidak layak dipakai oleh masyarakat.



## BAB VI

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 6.1 Kesimpulan

1. Dari tiga produk tabir surya X,Y dan Z, hanya produk tabir surya Z yang mengandung senyawa oktil N,N-dimetil PABA, sedangkan tabir surya X dan Y tidak mengandung senyawa oktil N,N-dimetil PABA.
2. Produk tabir surya Z mengandung senyawa oktil N,N-dimetil PABA sebesar 15,44 % (b / b).
3. Produk tabir surya Z dan tidak memenuhi syarat penggunaan senyawa oktil N,N-dimetil PABA yang disesuaikan dengan ketentuan *food and Drug Administrations* (FDA) yaitu batas kadar maksimum senyawa oktil N,N-dimetil PABA dalam produk tabir surya adalah 8%.

#### 6.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut dengan menggunakan alat dan pelarut yang berbeda serta menggunakan lebih banyak spektra referensi sebagai pembanding.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abney, J. R., Scalettar, B. A., 1998, "Saving Your Student Skin. Undergraduate Experiment That Probe UV Protection by Sunscreens and Sunglasses" *J. Chem. Educ.*, 75.
- Anonim, 2004, "Awat, tahi lalat pun bias ganas", [http : // www. jaga-jaga. Com/ Anlhatiyoook.php? ida = 395](http://www.jaga-jaga.Com/Anlhatiyoook.php?ida=395), Kompas, 14 oktober.
- Anonim, 2003, "Tabir Surya, Pilih Sunblock atau Sunscreen?", [http : // www. kompas. Com/ Kesehatan/ News/ 0503/ 23/ 07.2708. htm](http://www.kompas.Com/ Kesehatan/ News/ 0503/ 23/ 07.2708. htm).
- Anonim, 2003, "Para Amino Benzoic Acid", [http : // sci-toys.com / ingredients / Para Amino Benzoic Acid. Html](http://sci-toys.com/ingredients/ParaAminoBenzoicAcid.html). 13 Desember.
- Clarke's, 1986, "Isolation and Identification of Drugs", Ed 2<sup>nd</sup>, The Pharmaceutical Press, London.
- Corcoran, M. 2001, "Effective Protection from UV", [http // www. Sas Open. Edu. / Mtc / Sunscreen htm](http://www.SasOpen.Edu/Mtc/Sunscreen.htm). 24 April.
- Edwin, 2003, "Kosmetika yang Membuat Cantik", [http // www. Pikiran Rakyat. Com / cetak / 0203 / 23 / 1006 htm](http://www.PikiranRakyat.Com/cetak/0203/23/1006.htm).
- Field, J. 2002, "Sunscreens and Beer' Law", [http // www. Sas. Upenn. Edu / Jafield / Sunscreens html](http://www.Sas.Upenn.Edu/Jafield/Sunscreens.html).
- Griffith, A. 2002, "HPLC Sunscreen Analysis", [http // www. Owl net. Rice. Edu / Chem 384 / Binstuf / HPLC Sunscreen pdf](http://www.Owlnet.Rice.Edu/Chem384/Binstuf/HPLCSunscreen.pdf). Maret.
- Jurusan Ilmu Kimia, 2000, "Penuntun Praktikum Kimia Dasar I", Fakultas MIPA Universitas Islam Indonesia, Jogjakarta.
- Kalsbeek and K, Boer. D.J. Schakel, D, 2004, Determination of sixteen UV filters in Suncare Formulations by high-performance Liquid Chromatography. *J. Chrom.* 1049, 17.
- Kok, T. 1997, "Spektrofotometri UV-Vis Aplikasi Kuantitatif", [http // www. mipa ubaya. ac. id.](http://www.mipaubaya.ac.id) 14 Januari.
- Mutschler, Ernst. 1991, "Dinamika Obat", Ed 5<sup>th</sup>, ITB, Bandung.

Rahmi, 2002, "*Memilih Tabir Surya yang Tepat*", [http // www. Sekretaris net. Com / gaya pesona / Detail – Rias asp ? nomor = 3.](http://www.Sekretaris.net.Com/gaya_pesona/Detail-Rias.asp?nomor=3)

Sudarmadji, S., 1996, *Teknik Analisis Biokimiawi*, Penerbit Liberty, Yogyakarta.

Sulistyorini, D. 1990, "*Pengaruh Oktal Dimetil PABA dan Zat Pewarna Bengal Merah Terhadap Stabilitas Triptofan dengan Dikenai Cahaya Matahari*", Skripsi, Fakultas Farmasi Universitas Gajah Mada, Jogjakarta.

Tranggono, R. I. S., 1996, "*Kiat Apik Menjadi Sehat dan Cantik*", PT. Gramedia Pustaka Utama, Jakarta.

Tranggono, R. I. S., 2003, "*Peran Tabir Surya Sebagai Pelindung*", [http // www. Pikiran Rakyat. Com.](http://www.PikiranRakyat.Com) 27 September.

Walters, C., Keeney, A., Wigal, C. T., Johnston, C. R., Cornelius, R. D., 1997, "*The Spectrophotometric Analysis and Modeling of Sunscreens*", *J. Chemical Education*, Vol. 74, Hal. 99.

Wasitaatmadja, S. M., 1997, "*Penuntun Ilmu Kosmetik Medik*", UI Press, Jakarta.

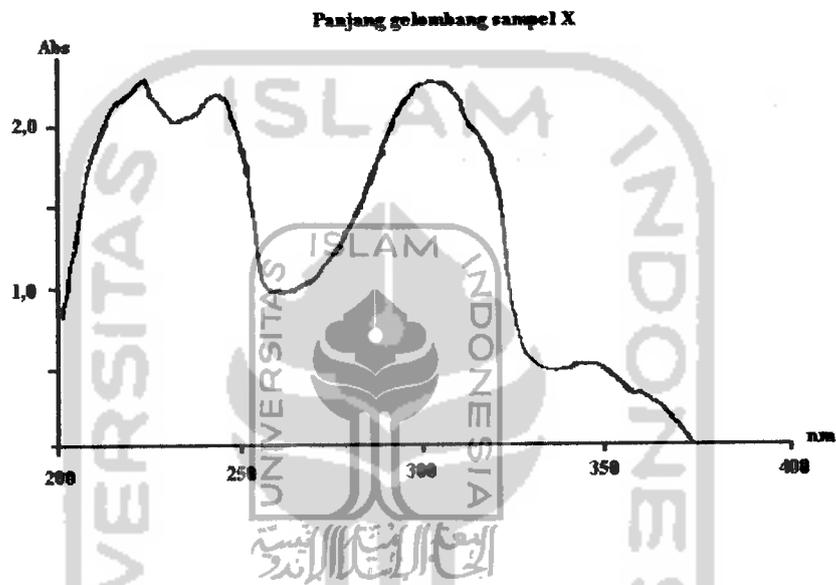
## LAMPIRAN

### Hasil Penelitian

#### Gambar spektrum panjang gelombang maksimum sampel

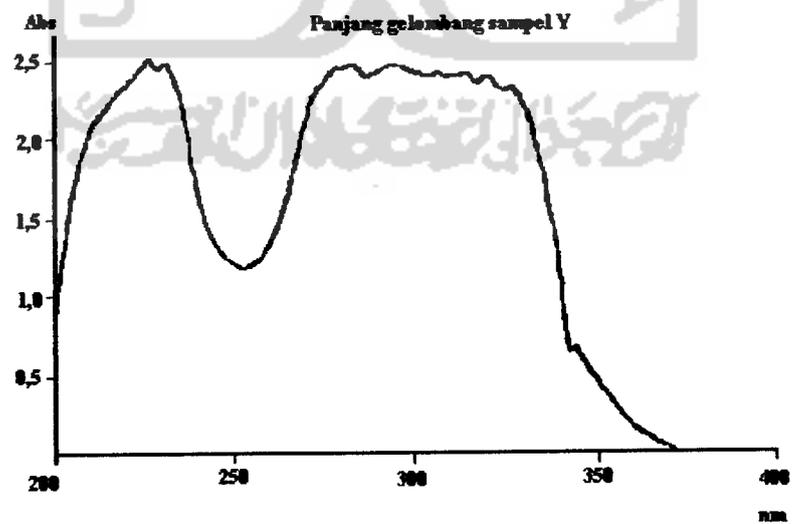
##### 1. Sampel X

Panjang gelombang maksimum = 221,5 nm



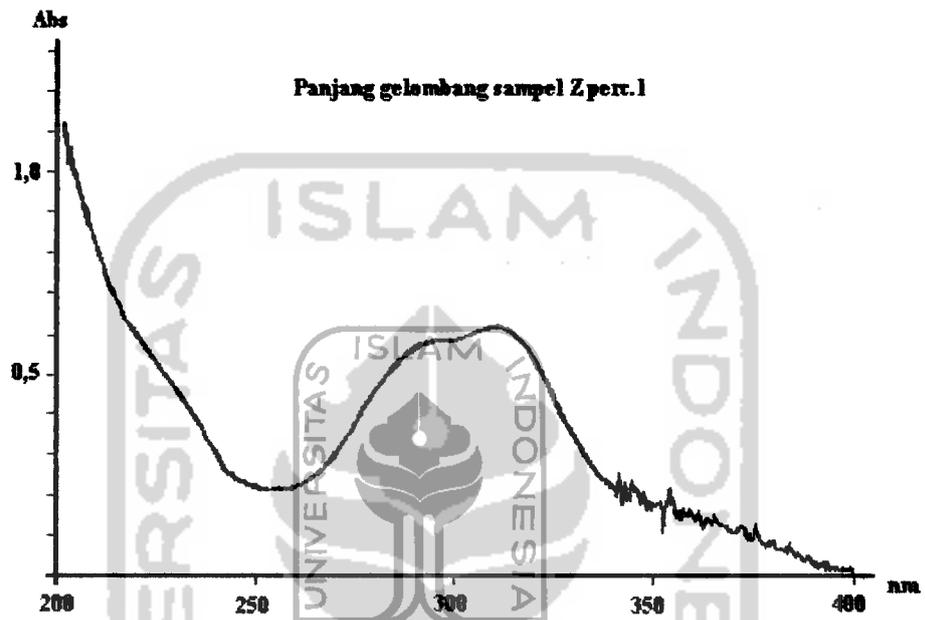
##### 2. Sampel Y

Panjang gelombang maksimum = 226.0 nm

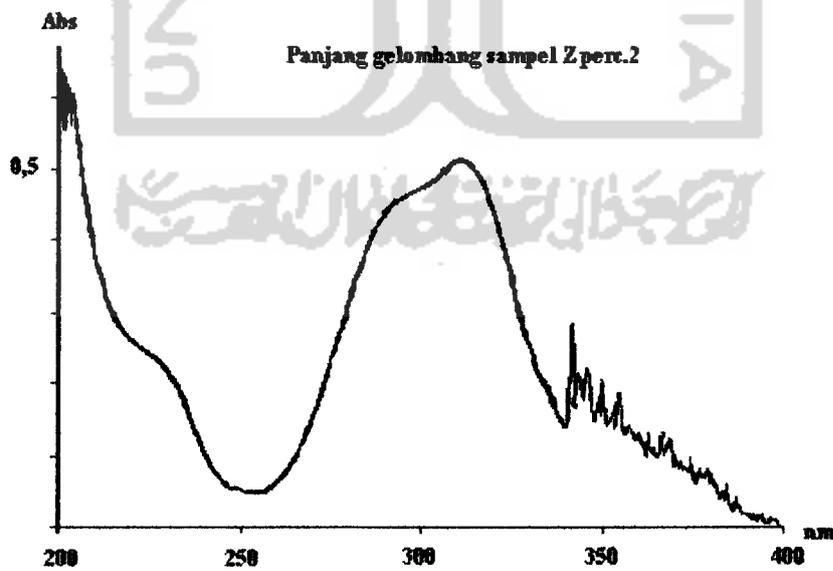


### 3. Sampel Z

1. Panjang gelombang maksimum = 310 nm



2. Panjang gelombang maksimum = 310,5 nm



3. Panjang gelombang maksimum = 310,5 nm

