

Pengembangan Dan Validasi Metode Analisis Metilisotiazolinon Dan Metilkloroisotiazolinon Pada Produk Kosmetika Secara Kromatografi Gas-Spektrometri Massa Melalui Teknik Ekstraksi Matrix Solid-Phase Dispersion = Development And Validation Of Analytical Method For The Determination Of Methylisothiazolinone And Methylchlorisothiazolinone in Cosmetic Products Using Gas Chromatography-Mass Spectrometry Through Matrix Solid Phase Dispersion Extraction Technique

Nurina Prapurandina, author

Deskripsi Lengkap: <https://lib.ui.ac.id/detail?id=9999920519467&lokasi=lokal>

Abstrak

Perubahan peraturan terkait batas penggunaan bahan pengawet metilisotiazolinon (MI) dan metilkloroisotiazolinon (MKI) dalam formula kosmetika telah disahkan oleh Badan Pengawas Obat dan Makanan Indonesia (Badan POM). Perubahan ini diupayakan demi memastikan mutu dan keamanan produk dalam rangka mencegah kasus alergi kontak dermatitis di Indonesia. Sementara itu, metode analisis yang tersedia di Badan POM hanya untuk menganalisis MI secara KCKT-UV dan belum ada yang memfasilitasi analisis simultan MI dan MKI pada produk kosmetika. Tujuan dari penelitian ini adalah mengembangkan metode analisis MI dan MKI dalam produk kosmetika secara simultan menggunakan teknik ekstraksi matrix solid-phase dispersion (MSPD) dilanjutkan dengan kromatografi gas-spektrometri massa (KG-SM) yang optimum dan valid serta mendapatkan data perbandingan hasil validasi dan penetapan kadar MI dan MKI antara metode KG-SM dengan KCKT-UV. MI dan MKI diekstrak dari dalam sampel kosmetika menggunakan teknik MSPD dengan alumina sebagai sorben padat dan etil asetat sebagai eluen. Pasir kuarsa sebagai sorben lokal dari Indonesia walau bukan merupakan sorben terpilih tetapi terbukti memiliki kemampuan untuk digunakan pada proses ekstraksi senyawa kimia. Setelah terisolasi, MI dan MKI tersebut dianalisis menggunakan KG-SM yang dilengkapi dengan kolom kapiler DB-5MS. Hasil uji validasi memenuhi kriteria keberterimaan baik untuk kosmetik non bilas dan bilas dimana perolehan kembali MI dan MKI antara 97,87-103,15 %, simpangan baku relatif (SBR) di bawah 11%, dan batas kuantitasi (LOQ) MI dan MKI untuk kosmetika non bilas berturut turut adalah 0,96 µg/mL dan 1,95 µg/mL. Sementara untuk kosmetika bilas nilai LOQ nya adalah 0,56 µg/mL untuk MI dan 1,49 µg/mL untuk MKI. Hasil tersebut, jika dibandingkan dengan metode KCKT-UV, menunjukkan bahwa metode KG-SM lebih sensitif dan selektif. Saat diaplikasikan pada sampel kosmetika, metode KG-SM memiliki potensi digunakan untuk memonitor ketidaksesuaian pelabelan MI dan MKI pada daftar komposisi produk kosmetika dibandingkan dengan KCKT-UV walau secara statistik tidak ada perbedaan yang signifikan diantara kedua metode tersebut.

.....The regulation amendment regarding the permitted limit for methylisothiazolinone (MI) and methylchlorisothiazolinone (MCI) preservative in cosmetic formula has been promulgated by Indonesian Food and Drug Authority (Indonesian FDA). This amendment is to ensure consumer safety and product quality in order to prevent allergic contact dermatitis case in Indonesia. Meanwhile, analytical method that available in Indonesian FDA only facilitate MI analysis using HPLC-UV method and analytical method for investigating MI and MCI simultaneously in cosmetic products has not yet been developed. The aim of this study is to develop the simultaneous analytical method for MI and MCI by using MSPD as an extraction

technique followed by gas chromatography tandem mass spectrometry (GC-MS) in cosmetic products and to obtain comparative results of validation and assay studies of MI and MCI between GC-MS and HPLC-UV methods. The MI and MCI were extracted from cosmetic sample by using matrix solid-phase dispersion technique with alumina as solid sorbent and ethyl acetate as eluent. Quartz sand from Indonesia, though was not chosen as sorbent, has been proven as a prospective sorbent to be applied in the extraction process. After being isolated, MI and MCI from the samples were analyzed using GC-MS equipped with DB-5MS capillary column. This analysis method for both leave-on and rinse-off cosmetic showing MI and MCI recoveries between 97.87-103.15 %, relative standard deviation (RSD) value lower than 11%, and limit of quantitation (LOQ) for leave-on product is 0.96 µg/mL and 1.95 µg/mL and for rinse-off products 0.56 µg/mL and 1.49 µg/mL for MI and MCI, respectively. Hence, this purposed analytical method for determining MI and MCI in cosmetic products complied the validation acceptance criteria and was more sensitive and specific compared to HPLC-UV validation result. When GC-MS method was applied to analyze cosmetic samples, it indicated a potency to monitor inappropriate labeling of MI and MCI in cosmetic product ingredient list compared to HPLC-UV method though there is no significant differences between those two methods statistically.