

KEABSAHAN METODE ANALISIS KADAR PCMX (*p-chloro m-xyleneol*) DALAM SABUN CAIR ANTISEPTIK

Nurlela
Program Studi Kimia FMIPA Universitas Nusa Bangsa Bogor
Jl. KH Soleh Iskandar KM 4 Cimanggu Tanah Sareal, Bogor 16166
e-mail: nnurlela16@gmail.com

ABSTRACT

*Validity of Analysis Method for PCMX (*p-chloro m-xyleneol*) Concentration in Antiseptic Liquid Soap*

*PCMX (*p-chloro m-xyleneol*) is an active substance functioning to kill bacteria (bactericide), generally added to the formula of soap, detergents, antiseptics, disinfectants and various other products. The purpose of this study was to verify the validity of PCMX concentration analysis method in antiseptic liquid soap using High Performance Liquid Chromatograph (HPLC) so that it was trustworthy and could be used as a routine analysis in the Quality Assurance Laboratory of Reckitt Benckiser Indonesia Company. Parameters of analysis method performance were selectivity, linearity, instrument precision, repeatability, intermediate precision, and accuracy. The mobile phase used was a mixture of methanol and 1% v/v glacial acetic acid in de-ionized water with the ratio of 55:45. The HPLC Agilent 1200 UV detector was given the following setting: Spherisorb 5 ODS 1 column (150 x 4,6) mm, flow rate 2,0 ml/min, injection volume 20 μ L, detection UV at 280 nm, temperature 40 $^{\circ}$ C, and run time 20 minutes. The validation result in: selectivity test, analyte (PCMX) divider peak without disturbance from other components in the sample; linearity test: $r > 0,9996$; instrument precision: RSD percentage values for standard solution 0,028 mg/L and 0,036 mg/L were 0,08% and 0,45% respectively; repeatability: RSD percentage value was 0,98%; intermediate precision: the method didn't give any real difference in different analysis in different execution period; and accuracy: recovery value was 108,98%. Based on the result, it could be concluded that this method of analysis was trustworthy and could be used as a routine analysis at Reckitt Benckiser Indonesia Company.*

*Keywords: Validity of Analysis Method, PCMX (*p-chloro m-xyleneol*), High Performance Liquid Chromatograph*

ABSTRAK

PCMX (*p-chloro m-xyleneol*) merupakan zat aktif yang berfungsi mematikan bakteri (bakterisida), umumnya ditambahkan ke dalam formula sabun, detergen, antiseptik, desinfektan, dan berbagai produk lainnya. Penelitian ini bertujuan untuk membuktikan keabsahan metode analisis kadar PCMX dalam sabun cair antiseptik menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) sehingga layak dan dapat dipercaya untuk analisis rutin di laboratorium Quality Assurance PT Reckitt Benckiser Indonesia. Parameter kinerja metode analisis mencakup selektivitas, linieritas, presisi, dan akurasi. Fase gerak yang digunakan adalah campuran antara metanol dan larutan asam asetat glasial 1% v/v dalam de-ionized water dengan perbandingan 55:45. Pengukuran dilakukan menggunakan KCKT Agilent 1200 UV detector dengan pengaturan sebagai berikut: kolom 150 x 4,6 mm Spherisorb 5 ODS 1, kecepatan alir 2,0 mL/min, volume injeksi 20 μ L, panjang gelombang 280 nm, temperatur 40 $^{\circ}$ C, dan waktu analisis 20 menit. Hasil pengujian diperoleh uji selektivitas berupa peak yang mampu memisahkan analit (PCMX) dalam sampel tanpa gangguan dari komponen lain dalam sampel. Uji linieritas menghasilkan $r > 0,9996$. Presisi instrumen menghasilkan % RSD untuk konsentrasi larutan standar 0,028 mg/mL dan 0,036 mg/mL berturut-turut adalah 0,08% dan 0,45%. Keterulangan menghasilkan % RSD sebesar 0,98%. Presisi antara menunjukkan bahwa metode analisis tidak memberikan hasil yang bervariasi (berbeda nyata) jika dilakukan oleh analis yang berbeda pada waktu yang berbeda dan uji akurasi menghasilkan %recovery sebesar 108,98%. Berdasarkan hasil kinerja metode analisis kadar PCMX tersebut dapat disimpulkan bahwa metode analisis ini valid, sehingga layak untuk digunakan di laboratorium Quality Assurance PT Reckitt Benckiser Indonesia.

Kata Kunci: Keabsahan Metode, PCMX (*p-chloro m-xyleneol*), Kromatografi Cair Kinerja Tinggi

PENDAHULUAN

Penggunaan sabun antiseptik merupakan salah satu bentuk perlindungan terhadap kesehatan. Sabun antiseptik berfungsi untuk membunuh bakteri dan menghambat pertumbuhan jamur. Dalam kegiatan sehari-hari, manusia tidak dapat terlepas dari kontaminasi bakteri, jamur, bahkan virus. Untuk mencegah penyakit yang ditimbulkan oleh kontaminan tersebut, maka sangat dianjurkan untuk menggunakan sabun antiseptik. Untuk menjamin bahwa masyarakat akan menerima produk yang bermutu dan aman, maka pemerintah mewajibkan industri yang bergerak di bidang kosmetika untuk memenuhi persyaratan Cara Pembuatan Kosmetika yang Baik (CPKB). Kosmetika yaitu suatu bahan atau sediaan yang dimaksud untuk digunakan pada berbagai bagian dari badan atau gigi dan selaput lendir di rongga mulut dengan maksud untuk membersihkannya, membuat wangi atau melindungi supaya tetap dalam keadaan baik, mengubah penampilan, atau menghilangkan bau badan (BPOM, 2003). Sedangkan CPKB merupakan pedoman yang bertujuan untuk memastikan agar kosmetika yang diproduksi bermutu dan aman digunakan oleh masyarakat.

Dalam rangka memenuhi persyaratan tersebut maka metode pengujian terhadap zat aktif yang terkandung dalam produk harus divalidasi terlebih dahulu untuk memperoleh data kuantisasi yang valid atau absah. Parameter validasi yang diuji adalah selektivitas, linieritas, presisi instrumen, keterulangan, presisi antara, dan akurasi.

Metode penetapan kadar PCMX dalam sabun cair antiseptik menggunakan KCKT mengacu pada Test Method 65264 – TM EU (Reckitt Benckiser plc). Penetapan ini sebelumnya dilakukan dengan menggunakan Test Method 65029 – TM EU (Reckitt Benckiser plc). Selain itu, validasi ini dilakukan dengan menggunakan KCKT baru yang akan digunakan di *Laboratorium Quality Assurance* PT Reckitt Benckiser

Indonesia. Oleh karena itu, untuk memastikan bahwa metode analisis tersebut dapat memberikan data kuantitasi PCMX yang valid dan dapat digunakan untuk pengujian secara rutin di laboratorium QA PT Reckitt Benckiser Indonesia, maka dilakukan validasi metode analisis.

BAHAN DAN METODE

Penelitian ini dilakukan di laboratorium *Quality Assurance* (QA) PT Reckitt Benckiser Indonesia, Jl. Raya Narogong Km 15 Desa Limusnunggal Pangkalan VIII Kec. Cileungsi, Kab. Bogor. Penelitian ini dilakukan pada bulan Januari-Maret 2010.

Alat

Alat-alat yang digunakan meliputi KCKT Agilent 1200 *with UV detector*, neraca analitik mettler toledo AG 285, *sonicator* Power Sonic 405, *vial*, kertas saring *whatman* No.40 (ashless, circles 125 mm Ø), pipet volume Iwaki Pyrex grade B 10 mL ± 0,03 mL ex 20 °C, labu ukur Iwaki Pyrex grade A 100 mL ± 0,01 mL in 20 °C, pipet tetes.

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah PCMX Lot No. 090109001 dengan kemurnian 102,1%, metanol (Merck, *HPLC grade*), asam asetat glasial (Merck, *analytical grade*), metanol (Merck, *analytical grade*), *de-ionized water*, plasebo.

Rancangan Penelitian

Metode penetapan kadar PCMX dalam sabun cair antiseptik menggunakan KCKT mengacu pada *Test Method* 65264-TM EU (Reckitt Benckiser plc). Sebelumnya mengacu pada *Test Method* 65029-TM EU (Reckitt Benckiser plc). Selain itu kinerja metode ini dilakukan dengan menggunakan KCKT baru yang akan digunakan di PT Reckitt Benckiser Indonesia.

Metode Kerja

Kondisi KCKT

Kolom	: (150x4,6) mm Spherisorb 5 ODS 1
Kecepatan alir	: 2,0 mL/menit
Volume sampel	: 20 μ L
Panjang gelombang UV	: 280 nm
Temperatur	: 40 °C
Waktu analisis	: 20 menit

Fase Gerak

Fase gerak yang digunakan adalah campuran antara metanol dan larutan asam asetat glasial 1% v/v dalam *de-ionized water* dengan perbandingan 55:45.

Pembuatan Larutan Standar

Ditimbang teliti 0,0490 g PCMX standar dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. PCMX dilarutkan dan ditera dengan metanol di dalam labu ukur 100 mL (konsentrasi larutan standar 1 = 0,05 mg/L). Larutan disaring dengan kertas saring *whatman* no.40.

Preparasi Larutan Sampel

Ditimbang teliti 1,500 g contoh, dilarutkan ke dalam labu ukur 100 mL, ditambahkan \pm 60 mL metanol kemudian dihomogenisasi menggunakan *ultrasonic* dengan kecepatan 175 rpm selama 15 menit. Setelah itu, larutan ditera dengan metanol. Larutan disaring dengan kertas saring *whatman* No.40.

Preparasi Larutan Plasebo

Plasebo ditimbang teliti sebanyak 1,500 g, dilarutkan ke dalam labu ukur 100 mL, ditambahkan \pm 60 mL metanol kemudian dihomogenisasi menggunakan *ultrasonic* dengan kecepatan 175 rpm selama 15 menit. Setelah itu, larutan ditera dengan metanol. Larutan disaring dengan kertas saring *whatman* No.40.

Uji Kesesuaian Sistem

Uji kesesuaian sistem dapat dilakukan dengan cara diinjeksikan larutan standar sebanyak lima kali ke dalam KCKT. Dihitung daya pisah, faktor ikutan, dan lempeng teoritis.

Uji Selektivitas

Larutan standar, larutan plasebo, dan larutan sampel masing-masing dimasukkan ke dalam vial kemudian diinjeksikan masing-masing sebanyak 3x ke dalam KCKT. *Peak* kromatogram dari masing-masing larutan dibandingkan

Uji Linieritas

Larutan standar induk 1 dibuat dengan cara ditimbang 0,049 g PCMX standar ke labu ukur 100 mL kemudian dilarutkan dengan metanol 50 mL dan dihomogenisasi menggunakan *ultrasonic*. Larutan dihipitkan sampai tanda tera dengan metanol. Dibuat larutan standar 2 dengan cara ditimbang 0,0979 g PCMX standar ke labu ukur 100 mL kemudian dilarutkan dengan metanol 50 mL dan dihomogenisasi menggunakan *ultrasonic*. Larutan dihipitkan sampai tanda tera dengan metanol.

Dipipet 1,2 mL; 2,7 mL; 5,7 mL larutan standar induk 1 ke dalam masing-masing labu takar 100 mL. Dipipet 3,6 mL; 4,3 mL; 5,8 mL; 6,6 mL larutan standar 2 ke dalam masing-masing labu takar 100 mL, kemudian larutan dihipitkan dengan metanol. Larutan disaring dengan kertas saring *whatman* No.40 dan dimasukkan ke dalam vial KCKT kemudian ditutup. Larutan diinjeksikan ke dalam sistem KCKT sebanyak 3x pengulangan. Dihitung slope, intersep, dan koefisien korelasi (r) dari regresi linier yang didapat.

Presisi

Presisi Instrumen

Larutan standar uji linieritas pada konsentrasi 0,028 mg/L dan 0,036 mg/L diinjeksikan sebanyak 10 kali ke dalam KCKT. Dihitung simpangan baku relatifnya (% RSD).

Keterulangan (*repeatability*)

PCMX (kemurnian 102,1%) ditimbang sebanyak 0,0102 g ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan dengan plasebo sebanyak 5,9510 g kemudian dilarutkan dengan 50 mL metanol dan dihomogenisasi menggunakan *ultrasonic*. Larutan dihipitkan menggunakan metanol sampai tanda tera (konsentrasi larutan = 0,175 % b/b). Larutan disaring dengan kertas saring *whatman* dan dimasukkan ke dalam vial KCKT. Larutan diinjeksikan dan dilakukan replikasi sebanyak 6 kali. Dihitung simpangan baku relatifnya (% RSD).

Presisi Antara

Presisi antara dilakukan oleh 2 analis yang berbeda dan waktu yang berbeda. Pengujian dilakukan dengan

cara ditimbang 0,0102 g PCMX (kemurnian 102,1%) ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan dengan plasebo sebanyak 5,9510 g kemudian dilarutkan dengan 50 mL metanol dan dihomogenisasi menggunakan *ultrasonic*. Larutan dihipitkan menggunakan metanol sampai tanda tera (konsentrasi larutan = 0,175 % b/b). Larutan disaring dengan kertas saring *whatman* dan dimasukkan ke dalam vial KCKT. Larutan diinjeksikan dan dilakukan replikasi sebanyak 6 kali. Dihitung % RSD, hasil yang diperoleh oleh analis pertama dibandingkan dengan analis kedua menggunakan uji F dan uji t.

Akurasi

PCMX Ditimbang 0,0102 g (kemurnian 102%) ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan 5,9510 g plasebo. Kemudian dilarutkan dengan 50 mL metanol dan dihomogenisasi menggunakan *ultrasonic*. Larutan dihipitkan menggunakan metanol sampai tanda tera. Larutan disaring dengan kertas saring *whatman* no.40 dan dimasukkan ke dalam vial KCKT. Larutan diinjeksikan dan dilakukan replikasi sebanyak 6 kali. Dihitung persen perolehan kembali (%*recovery*).

Kriteria Penerimaan

Tabel 1. Kriteria Penerimaan Kinerja Metode Analisis Penetapan Kadar PCMX dalam Sabun Cair Antiseptik secara KCKT.

Parameter	Kriteria Penerimaan
Faktor Ikutan (<i>Tailing Factor</i>)	< 2,0
Lempeng Teoritis (<i>Theoretical Plate</i>)	> 1000
Linieritas	$r > 0,99$
Presisi	% RSD < 10%
Akurasi	% Recovery = 80–120 %

Sumber: (APVMA, 2003)

HASIL DAN PEMBAHASAN

Uji Kesesuaian Sistem

Uji kesesuaian sistem merupakan bagian yang integral dari banyak prosedur analitik. Pengujian ini berdasarkan pada konsep bahwa peralatan uji, elektronika, pengerjaan analisis, dan pengujian sampel merupakan suatu sistem integral yang dapat dievaluasi. Berikut hasil dari uji kesesuaian sistem:

Faktor ikutan (*Tailing Factor*)

Faktor ikutan menunjukkan kesimetrisan suatu *peak*. *Peak* yang sempurna adalah *peak* yang simetris. Bila ditarik garis lurus yang melalui *peak* sampai ke garis alas, maka sisi kanan akan sama dengan sisi kiri. Semakin simetris *peak* tersebut semakin memudahkan pada saat integrasi dan biasanya intensitas tanggap detektornya lebih tinggi.

Tabel 2. Data Hasil Uji Kesesuaian Sistem

Larutan Standar	Faktor Ikutan	Lempeng Teoritis
1	0,961	4129
2	0,962	4128
3	0,959	4151
4	0,958	4162
5	0,964	4180
Rata-rata	0,9608	4150

Dari hasil pengukuran KCKT pada Tabel 2 diperoleh nilai rata-rata faktor ikutan 0,9608. Nilai tersebut memenuhi persyaratan yaitu $< 2,0$. Hal ini menunjukkan bahwa *peak* yang dihasilkan KCKT tersebut simetris. *Peak* dapat dilihat pada Lampiran.

Lempeng Teoritis

Lempeng teoritis adalah banyaknya distribusi kesetimbangan dinamis yang terjadi di dalam kolom atau disebut juga dengan keefisienan kolom. Semakin banyak lempeng teoritis yang terjadi,

peak yang dihasilkan semakin runcing. Dengan demikian kuantitasnya lebih baik karena integrator bisa lebih tepat menentukan *peak front* dan *peak end*.

Dari hasil pengukuran KCKT (Tabel 2) diperoleh nilai 4150. Nilai tersebut memenuhi persyaratan yaitu > 1000 . Hal ini menunjukkan bahwa kolom yang digunakan pada KCKT tersebut efisien dalam melakukan pemisahan. *Peak* dapat dilihat pada Lampiran.

Kinerja Metode Analisis Selektivitas

Selektivitas atau spesifisitas suatu metode adalah kemampuan suatu metode menetapkan suatu analit dalam suatu campuran tanpa gangguan dari komponen lain dalam campuran tersebut. Selektivitas juga dapat didefinisikan sebagai kemampuan suatu metode menetapkan masing-masing komponen yang terdapat dalam campuran suatu bahan.

Dari pengukuran larutan standar diperoleh *peak* yang dapat menetapkan analit (PCMX) dengan baik. Dari pengukuran larutan sampel diperoleh *peak* yang dapat menetapkan analit dengan baik tanpa ada gangguan dari komponen lain dalam campuran. Sedangkan dari pengukuran larutan plasebo diperoleh *peak* berbagai komponen dalam campuran tanpa adanya *peak* analit.

Hasil dari uji selektivitas menunjukkan bahwa metode analisis ini mampu mengukur PCMX dalam tanpa gangguan dari komponen lain dalam campuran.

Linieritas

Linieritas dapat didefinisikan sebagai kemampuan suatu metode analisis untuk memperoleh hasil uji yang sebanding dengan konsentrasi analit dalam sampel dalam rentang validasi. Rentang validasi yaitu rentang yang mencakup konsentrasi yang lebih tinggi dan lebih rendah dari konsentrasi analit

dalam sampel yang dianalisis, rentang tersebut harus dapat digunakan untuk menunjukkan tingkat presisi, akurasi, dan linieritas suatu metode. Linieritas biasanya dinyatakan dalam koefisien korelasi (*r*). nilai *r* berkisar antara -1,0 sampai +1,0. Linieritas yang baik atau adanya korelasi yang erat ditunjukkan dengan nilai koefisien korelasi (*r*) yang mendekati satu (positif maupun negatif). Nilai nol menunjukkan tidak adanya korelasi.

Uji linieritas dilakukan dengan membuat larutan dari bahan baku PCMX dengan konsentrasi 50-150%. Hasil analisis dibuat kurva hubungan antara konsentrasi larutan standar

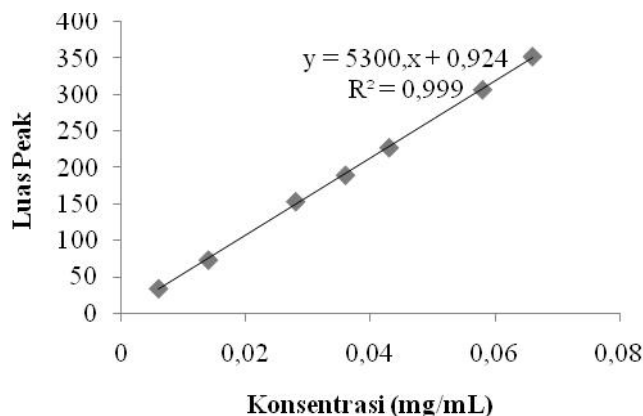
(konsentrasi teori) dengan luas *peak* (konsentrasi terukur) kemudian dibuat garis regresi.

Data hasil uji linieritas pada Tabel 3 dibuat kurva hubungan antara konsentrasi larutan standar dengan luas *peak* rata-rata. Kemudian dihitung nilai koefisien korelasi.

Kurva linieritas pada Gambar 1 diperoleh nilai koefisien korelasi 0,9996. Nilai ini memenuhi persyaratan yaitu $r > 0,990$. Hal ini menunjukkan bahwa pada konsentrasi kerja 50-150% masih memberikan korelasi yang berbanding lurus antara respon deteksi alat terhadap nilai kadar teori dari analit yang diukur.

Tabel 3. Data Hasil Uji Linieritas

Konsentrasi (mg/mL) (50%-150%)	Luas <i>Peak</i> 1	Luas <i>Peak</i> 2	Luas <i>Peak</i> 3	Luas <i>Peak</i> Rata-rata
0,006	33,6920	34,0017	33,6165	33,7701
0,014	73,1881	72,8858	73,1056	73,0598
0,028	153,2862	153,1616	153,4571	153,3016
0,036	189,2251	189,6632	189,7874	189,5586
0,043	227,1220	227,1365	228,2805	227,5130
0,058	306,7277	307,4451	307,0077	307,0602
0,066	352,4424	352,7774	352,5024	352,5741



Gambar 1. Kurva Hasil Uji Linieritas

Presisi

Presisi didefinisikan sebagai kedekatan antara hasil pengujian individu dalam serangkaian pengukuran terhadap suatu sampel yang homogen dengan melakukan pengambilan sampel menurut prosedur yang telah ditentukan. Presisi dinyatakan dengan persen *Relative Standard Deviation* (% RSD) dari data yang diperoleh.

Tabel 4. Kriteria Penerimaan Presisi

Konsentrasi Analit (% b/v)	Presisi (% RSD)
>10%	<2%
1,0-10,0%	<5%
0,1-1,0%	<10%
<0,1%	<20%

Presisi umumnya meliputi pengujian repeatability, intermediate precision, dan reproducibility. Dapat juga dilakukan pengujian presisi instrumen (alat uji yang digunakan untuk mengukur analit dalam sampel). Presisi dinyatakan dalam % RSD.

Presisi Instrumen

Pengujian presisi instrumen bertujuan untuk mengetahui kemampuan KCKT menghasilkan data yang berdekatan dalam melakukan pengukuran secara berulang terhadap sampel yang

homogen. Pengujian presisi instrumen dilakukan dengan menginjeksikan larutan standar pada konsentrasi tertentu sebanyak 10 kali, kemudian dihitung % RSD.

Pengolahan data pada Tabel 5 diperoleh % RSD untuk konsentrasi 0,028 mg/mL dan 0,036 mg/mL berturut-turut adalah 0,08% dan 0,45%. Nilai tersebut memenuhi persyaratan yaitu <10%. Hal ini menunjukkan bahwa instrumen yang digunakan yaitu HPLC Agilent 1200 mampu menghasilkan keterulangan data pengukuran terhadap sampel homogen.

Keterulangan (Repeatability)

Keterulangan menyatakan presisi yang dilakukan pada kondisi yang telah ditentukan pada laboratorium yang sama, dalam interval waktu yang singkat, oleh analis yang sama, dengan menggunakan peralatan dan pereaksi yang sama. Keterulangan dilakukan dengan cara menguji suatu sampel dengan konsentrasi tertentu sebanyak enam kali penetapan (replikasi). Pelaksanaan uji keterulangan adalah untuk menggambarkan kesalahan acak dan ketidakseragaman hasil analisis yang dilakukan. Pengujian dilakukan pada konsentrasi analit 0,1-1,0%.

Tabel 5. Data Hasil Uji Presisi Instrumen

Injeksi ke-	Luas Peak	
	Larutan Standar (0,028 mg/mL)	Larutan Standar (0,036 mg/mL)
1	153,0560	188,4664
2	152,9595	190,3283
3	152,9376	190,2172
4	153,0790	190,6996
5	152,9909	190,8843
6	152,9574	190,8911
7	152,7778	190,8560
8	153,1742	190,2201
9	152,8349	190,1999
10	153,1095	191,6853
Rata-rata:	152,9877	190,5448
SD:	0,1221	0,8632
% RSD:	0,08 %	0,45 %

Tabel 6. Data Hasil Uji Keterulangan

Ulangan ke-	Luas Peak			Luas Peak Rata-rata	Konsentrasi Terukur
1	593,1733	593,4668	592,4034	593,0145	0,191
2	583,9637	594,2949	594,1350	590,7978	0,190
3	588,0665	592,7877	590,2080	590,3541	0,190
4	579,7306	582,1574	583,3267	581,7382	0,187
5	594,2650	593,7499	593,3348	593,7832	0,191
6	578,8405	579,7560	587,1621	581,9195	0,187
Rata-rata:				0,1893	
SD:				0,0019	
% RSD				0,9834%	

Dari hasil pengolahan data pada Tabel 6 diperoleh nilai % RSD 0,98%. Nilai ini telah memenuhi persyaratan yaitu <10%. Hal ini menunjukkan bahwa metode ini sesuai dengan kondisi laboratorium, pereaksi, dan alat yang digunakan.

Presisi Antara (*Intermediate Precision*)

Presisi antara menyatakan presisi yang dilakukan pada kondisi yang telah ditentukan pada laboratorium yang sama, pada hari yang berbeda, dan oleh

analisis yang berbeda. Pengolahan data hasil analisis dilakukan dengan metode statistik yaitu dengan uji F dan t hitung. Kriteria penerimaan uji t dinyatakan dengan nilai t hitung kurang dari t tabel, hal ini menunjukkan bahwa tidak terdapat perbedaan secara nyata antara dua kondisi percobaan yang dilakukan oleh kedua analisis, sedangkan uji F dinyatakan dengan nilai F hitung kurang dari F tabel, hal ini menunjukkan bahwa tidak ada variasi yang berbeda nyata antara dua kondisi percobaan yang dilakukan oleh kedua analisis.

Tabel 7. Data Hasil Uji Presisi Antara

	Analisis 1			Analisis 2		
	Rata-rata Peak	Luas	Konsentrasi Terukur	Rata-rata Peak	Luas	Konsentrasi Terukur
Presisi Antara	593,0145		0,191	578,7594		0,192
	590,7978		0,190	663,9567		0,197
	590,3540		0,190	605,3949		0,189
	581,7382		0,187	662,9469		0,207
	593,7532		0,191	605,4482		0,188
	581,9195		0,187	604,9630		0,188
		Mean : 0,1893			Mean : 0,1905	
	SD : 0,0019			SD : 0,0030		
	% RSD : 0,9834%			% RSD : 1,5643%		
Uji Beda Nyata						
Mean	0,1893			0,1905		
SD	0,0019			0,0030		
SD ²	3,4666 x 10 ⁻⁶			8,8804 x 10 ⁻⁶		
F Hitung				2,5616		
F Tabel (5,5; =5%)				5,05		
	F hitung < F tabel, maka tidak beda nyata					
S gabungan				0,8775		
t hitung				1,9468		
t tabel (10; =5%)				2,2281		
	t hitung < t tabel maka tidak beda nyata					

Hasil pengolahan data pada Tabel 7 diperoleh nilai F hitung $< F$ tabel dan t hitung $< t$ tabel, hal ini menunjukkan bahwa metode analisis ini tidak memberikan hasil yang bervariasi (berbeda nyata) jika dilakukan oleh analisis yang berbeda pada waktu yang berbeda (memenuhi persyaratan).

Akurasi

Akurasi didefinisikan sebagai kedekatan antara nilai nyata yang dapat diterima sebagai nilai benar dengan nilai hasil pengukuran dari komponen yang sama. Akurasi dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (% *recovery*) yaitu hasil bagi nilai yang terukur dengan nilai teoritis dikalikan 100%, dengan cara menetapkan kadar sejumlah tertentu analit yang ditambahkan ke dalam sampel atau sebagai selisih antara hasil rata-rata dengan hasil teoritis yang dapat diterima.

Akurasi dilakukan dengan cara menambahkan zat aktif ke dalam

plasebo, baik zat aktif maupun plasebo, jumlahnya harus diketahui. Pengujian dilakukan dalam rentang validasi dari konsentrasi zat aktif dalam sampel. Pengujian ini rentang validasinya adalah 75%-125% konsentrasi zat aktif. Masing-masing konsentrasi dilakukan replikasi sebanyak enam kali. Kriteria penerimaan akurasi dinyatakan dalam rentang % *recovery*.

Tabel 8. Kriteria Penerimaan Akurasi

Konsentrasi Analit (% b/v)	% <i>Recovery</i>
>10%	98-102 %
1,0-10,0%	90-110%
0,1-1,0%	80-120%
<0,1%	75-125%

Hasil pengolahan data Tabel 9 diperoleh nilai % *recovery* 108,98%. Nilai ini telah memenuhi persyaratan yaitu 80-120%. Hal ini menunjukkan bahwa metode analisis akurat.

Tabel 9. Data Hasil Uji Akurasi

Konsentrasi	Luas <i>Peak</i>	Rata-rata Luas <i>Peak</i>	Konsentrasi Terukur	% <i>Recovery</i>	Rata-rata % <i>Recovery</i>
0,175% b/b	596,1243	600,3558	0,192	108,80	108,98
	601,4328				
	603,5101				
	610,9238				
	611,5111	611,2031	0,197	111,88	
	611,1744				
	622,0206				
	622,1307				
	622,0809	622,0773	0,199	111,28	
	607,8072				
	607,9291				
	608,0864				
	606,8330	610,8850	0,193	105,24	
	612,2286				
	613,5933				
	597,4036				
597,2740					
596,6804					

KESIMPULAN DAN SARAN

Hasil kinerja metode analisis diperoleh uji selektivitas berupa *peak* yang mampu memisahkan analit (PCMX) dalam sampel tanpa ada gangguan dari komponen lain dalam sampel. Uji linieritas menghasilkan nilai $r > 0,9996$. Presisi instrumen menghasilkan % RSD untuk konsentrasi larutan standar 0,028 mg/mL dan 0,036 mg/mL berturut-turut adalah 0,08% dan 0,45%. Keterulangan menghasilkan % RSD sebesar 0,98%. Presisi antara menunjukkan bahwa metode analisis tidak memberikan hasil yang bervariasi (berbeda nyata) jika dilakukan oleh analis yang berbeda pada waktu yang berbeda dan uji akurasi menghasilkan % recovery sebesar 108,98%.

Semua parameter uji memberikan hasil yang memenuhi kriteria penerimaan, sehingga metode analisis kadar PCMX (p-chloro m-xylenol) dalam sabun cair antiseptik menggunakan kromatografi cair kinerja tinggi dapat dipercaya dan dapat digunakan untuk analisis rutin di laboratorium *Quality Assurance* PT Reckitt Benckiser Indonesia. Kinerja metode analisis sebaiknya dilakukan secara berkala (setiap tahun) untuk menjamin validitas metode analisis yang digunakan.

DAFTAR PUSTAKA

- Australian pesticides and Veterinary Medicines Authority. 2003. *Draft Guideline for The Validation of Analytical Methods*. Australian pesticides and Veterinary Medicines Authority.
- Badan Pengawas Obat dan Makanan. 2003. *Pedoman Cara Pembuatan Kosmetika yang Baik*. Jakarta: BPOM.
- Badan Pengawas Obat dan Makanan. 2006. *Pedoman Cara Pembuatan Obat yang Baik*. Jakarta: BPOM.
- Day, R.A. dan Underwood A.L. 1998. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Edisi VI. Jakarta: Erlangga.
- Fessenden, Ralp J., dan Joan S. Fessenden. 1982. *Kimia Organik*. Jilid II. Edisi III. Aloysius Hadyana Pudjaatmaka, penerjemah. Jakarta: Penerbit Erlangga.
- Gritter, R.J., M. Bobbitt dan A.E. Schwarting. 1991. *Pengantar Kromatografi*. Edisi II. Kosasih Padmawinata, penerjemah. Bandung: Penerbit ITB. Terjemahan dari: *Introduction to Chromatography*.
- Johnson, E.L. dan R. Stevenson. 1991. *Dasar Kromatografi Cair*. Kosasih Padmawinata, penerjemah. Bandung: Penerbit ITB. Terjemahan dari: *Basic Liquid Chromatography*.
- Lindsay, Sandie. 1992. *High Performance Liquid Chromatography*. Second Edition. New York: John Willey and Sons.
- Material Safety Data Sheet. 2007. p-chloro m-xylenol. Dafeng Huaxin Bio-Tech Co., Ltd
- Miller, J. C. and Miller, J. N. 1991. *Statistika untuk Kimia Analitik*. Edisi Kedua. Diterjemahkan oleh Suroso. Bandung: Penerbit ITB.
- Mulja, H. M. dan Suharman. 1995. *Analisis Instrumental*. Surabaya: Airlangga University Press.
- <http://www.waters.com>. High Performance Liquid Chromatography. Diunduh pada tanggal 4 Desember 2009. Pukul 17.45 WIB
- <http://www.waters.com>. Coloumn Chromatography Catalogue. Diunduh pada tanggal 4 Desember 2009. Pukul 17.50 WIB