

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
PERNYATAAN	iii
KATA PENGANTAR	iv
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
INTISARI	xvii
ABSTRACT	xviii
 BAB I PENDAHULUAN	
A. Latar Belakang Penelitian.....	1
B. Rumusan Masalah.....	4
C. Keaslian Penelitian.....	4
D. Urgensi Penelitian.....	5
E. Tujuan Penelitian.....	5
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
A. Lipstik.....	6
1. Komponen utama dalam sediaan lipstik.....	6
2. Zat tambahan dalam sediaan lipstik.....	9
B. Lemak Babi.....	10

C. Minyak Jarak	12
D. Spektrofotometri Inframerah <i>Fourier Transform</i> (FTIR)	14
E. Kalibrasi multivariat	18
1. <i>Principal Component Analysis</i> (PCA).....	18
2. <i>Partial Least Square</i> (PLS)	20
G. Landasan Teori	21
H. Hipotesis	23

BAB III METODE PENELITIAN

A. Bahan	24
B. Peralatan	25
C. Jalannya Penelitian	25
1. Penyiapan Lemak Babi.....	25
2. Pembuatan Sampel Kalibrasi dan Sampel Validasi.....	26
3. Penyiapan Sampel Lipstik Pasaran.....	27
3. Ekstraksi Lemak/Minyak.....	27
4. Analisis Spektra secara Spektrofotometri FTIR.....	30
D. Analisis Asam Lemak.....	31
1. Derivatisasi	31
2. Kromatografi gas	31
E. Analisis Statistik.....	30
F. Skema Penelitian	34

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Penyiapan Sampel Lipstik	35
-----------------------------------	----

B. Ekstraksi Lemak/Minyak.....	36
C. Analisis Spektra secara Spektrofotometri FTIR.....	40
D. Analisis Kualitatif secara Spektrofotometri FTIR.....	47
E. Analisis Kuantitatif secara Spektrofotometri FTIR.....	51
F. Analisis Sampel Lipstik Komersial secara Spektrofotometri FTIR	58
G. Analisis Asam Lemak secara Kromatografi Gas.....	59
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	
A. Kesimpulan.....	67
B. Saran	67
DAFTAR PUSTAKA	68
LAMPIRAN	72
RINGKASAN.....	164
SUMMARY	165
NASKAH PUBLIKASI.....	166

DAFTAR TABEL

Tabel		Halaman
1	Komposisi asam lemak penyusun lemak babi	11
2	Komposisi asam lemak penyusun minyak jarak.....	13
3	Perbandingan lemak babi dan minyak jarak dalam sampel kalibrasi/validasi	26
4	Formula lipstik untuk pembuatan sampel kalibrasi/validasi	26
5	Sistem kromatograf gas yang digunakan.....	32
6	Gugus fungsi dan model vibrasi lemak babi dan minyak jarak.....	44
7	Komposisi asam lemak dalam lemak babi dan minyak jarak berdasarkan hasil analisis kromatografi gas	65

DAFTAR GAMBAR

Gambar:	Halaman
1 Spektra FTIR lemak babi dan minyak jarak dari formula lipstik dengan tiga metode ekstraksi yang berbeda	43
2 <i>Score plot</i> lemak babi dan minyak jarak dari formula lipstik lemak babi 100% dan minyak jarak 100% metode saponifikasi I..	48
3 <i>Score plot</i> lemak babi dan minyak jarak dari formula lipstik lemak babi 100% dan minyak jarak 100% metode saponifikasi II	49
4 <i>Score plot</i> lemak babi dan minyak jarak dari formula lipstik lemak babi 100% dan minyak jarak 100% metode Bligh dan Dyer	49
5 Hasil analisis faktor kualitatif pada PCA yang menyatakan nilai <i>explained variance</i> untuk setiap komponen utama.....	50
6 Spektra FTIR lemak babi dan minyak jarak dengan konsentrasi bertingkat hasil ekstraksi metode saponifikasi I.....	52
7 Spektra FTIR lemak babi dan minyak jarak dengan konsentrasi bertingkat hasil ekstraksi metode saponifikasi II.....	53
8 Spektra FTIR lemak babi dan minyak jarak dengan konsentrasi bertingkat hasil ekstraksi metode Bligh dan Dyer.....	54
9 Model kalibrasi PLS yang menunjukkan hubungan antara konsentrasi sebenarnya (nilai aktual) dengan nilai terprediksi lemak babi.....	56

Lanjutan ...	Halaman
10 <i>Score plot</i> hasil analisis PCA terhadap sampel lipstik pasaran	59
11 Kromatogram standar 37 FAME	61
12 Kromatogram lemak babi	63
13 Kromatogram minyak jarak	64

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran:	Halaman
1 Hasil Penyiapan Lemak Babi.....	72
2 Sertifikat Analisis Minyak Jarak	73
3 Data hasil penimbangan bahan-bahan formulasi lipstik.....	74
4 Perhitungan konsentrasi lemak babi dalam sampel kalibrasi/validasi	75
5 Hasil formulasi lipstik.....	76
6 Hasil Penyiapan Minyak/Lemak dengan 3 Metode Ekstraksi.....	77
7 Spektra FTIR Lemak Babi Ekstraksi Lipstik.....	78
8 Spektra FTIR Minyak Jarak Ekstraksi Lipstik	79
9 Hasil PCA Lemak Babi dan Minyak Jarak dari Formula Lipstik menggunakan Metode Ekstraksi Saponifikasi I	81
10 Hasil PCA Lemak Babi dan Minyak Jarak dari Formula Lipstik menggunakan Metode Ekstraksi Saponifikasi II.....	83
11 Hasil PCA Lemak Babi dan Minyak Jarak dari Formula Lipstik menggunakan Metode Ekstraksi Bligh dan Dyer	86
12 Hasil PLS Lemak Babi dan Minyak Jarak dari Formula Lipstik menggunakan Metode Ekstraksi Saponifikasi I	89
13 Hasil PLS Lemak Babi dan Minyak Jarak dari Formula Lipstik menggunakan Metode Ekstraksi Saponifikasi II.....	94

Lanjutan ...	Halaman
14 Hasil PLS Lemak Babi dan Minyak Jarak dari Formula Lipstik menggunakan Metode Ekstraksi Bligh dan Dyer	99
15 Sertifikat Analisis Standar FAME Campuran	104
16 Kromatogram Hasil Analisis GC Standar Metil Kaproat	105
17 Kromatogram Hasil Analisis GC Standar Metil Kaprilat.....	106
18 Kromatogram Hasil Analisis GC Standar Metil Dekanoat/Kaprat.	107
19 Kromatogram Hasil Analisis GC Standar Metil Laurat	108
20 Kromatogram Hasil Analisis GC Standar Metil Miristat	109
21 Kromatogram Hasil Analisis GC Standar Metil Heptadekanoat....	110
22 Kromatogram Hasil Analisis GC Standar Metil Palmitat.....	111
23 Kromatogram Hasil Analisis GC Standar Metil Stearat.....	112
24 Kromatogram Hasil Analisis GC Standar Metil Behenat.....	113
25 Kromatogram Hasil Analisis GC Standar Metil Lignoserat.....	114
26 Kromatogram Analisis GC Standar FAME Campuran	115
27 Kromatogram Analisis GC Lipstik 100% Lemak Babi dengan Metode Ekstraksi Saponifikasi I.....	117
28 Kromatogram Analisis GC Lipstik 100% Lemak Babi dengan Metode Ekstraksi Saponifikasi II.....	120
29 Kromatogram Analisis GC Lipstik 100% Lemak Babi dengan Metode Ekstraksi Bigh dan Dyer.....	123
30 Kromatogram Analisis GC Lipstik 100% Minyak jarak dengan Metode Ekstraksi Saponifikasi I.....	126

Lanjutan ...	Halaman
31 Kromatogram Analisis GC Lipstik 100% Minyak jarak dengan Metode Ekstraksi Saponifikasi II.....	129
32 Kromatogram Analisis GC Lipstik 100% Minyak jarak dengan Metode Ekstraksi Bligh dan Dyer.....	132
33 Perhitungan Konsentrasi Asam Lemak dalam Lipstik 100% Lemak Babi dengan Metode Ekstraksi Saponifikasi I.....	135
34 Perhitungan Konsentrasi Asam Lemak dalam Lipstik 100% Lemak Babi dengan Metode Ekstraksi Saponifikasi II	136
35 Perhitungan Konsentrasi Asam Lemak dalam Lipstik 100% Lemak Babi dengan Metode Ekstraksi Bligh dan Dyer	137
36 Perhitungan Konsentrasi Asam Lemak dalam Lipstik 100% Minyak Jarak dengan Metode Ekstraksi Saponifikasi I	138
37 Perhitungan Konsentrasi Asam Lemak dalam Lipstik 100% Minyak Jarak dengan Metode Ekstraksi Saponifikasi II.....	139
38 Perhitungan Konsentrasi Asam Lemak dalam Lipstik 100% Minyak Jarak dengan Metode Ekstraksi Bligh dan Dyer	140
39 Konfirmasi Asam Lemak Menggunakan Analisis GC-MS.....	141
40 Kondisi Analisis GC-MS.....	142
41 Kromatogram Ion Total Formula Lipstik 100% Lemak Babi dengan Metode Ekstraksi Saponifikasi I	143
42 Kromatogram Ion Total Formula Lipstik 100% Lemak Babi dengan Metode Ekstraksi Saponifikasi II.....	144

Lanjutan ...	Halaman
43 Kromatogram Ion Total Formula Lipstik 100% Lemak Babi dengan Metode Ekstraksi Bligh dan Dyer	145
44 Kromatogram Ion Total Formula Lipstik 100% Minyak Jarak dengan Metode Ekstraksi Saponifikasi I	146
45 Kromatogram Ion Total Formula Lipstik 100% Minyak Jarak dengan Metode Ekstraksi Saponifikasi II.....	147
46 Kromatogram Ion Total Formula Lipstik 100% Minyak Jarak dengan Metode Ekstraksi Bligh dan Dyer	148
47 Spektrum Massa Formula Lipstik 100% Lemak Babi dengan Metode Ekstraksi Saponifikasi I.....	149
48 Spektrum Massa Formula Lipstik 100% Lemak Babi dengan Metode Ekstraksi Saponifikasi II.....	151
49 Spektrum Massa Formula Lipstik 100% Lemak Babi dengan Metode Ekstraksi Bligh dan Dyer.....	153
50 Spektrum Massa Formula Lipstik 100% Minyak Jarak dengan Metode Ekstraksi Saponifikasi I.....	155
51 Spektrum Massa Formula Lipstik 100% Minyak Jarak dengan Metode Ekstraksi Saponifikasi II.....	158
52 Spektrum Massa Formula Lipstik 100% Minyak Jarak dengan Metode Ekstraksi Bligh dan Dyer.....	161

INTISARI

ANALISIS LEMAK BABI DALAM FORMULA LIPSTIK SECARA SPEKTROFOTOMETRI INFRAMERAH DAN KALIBRASI MULTIVARIAT

Lemak babi banyak dimanfaatkan sebagai agen pengemulsi, emolien, oklusif dan agen peningkat viskositas dalam sediaan kosmetik. Lipstik merupakan salah satu produk kosmetik yang banyak digunakan oleh kaum hawa. Penggunaan lemak babi dalam kosmetika dilarang oleh agama tertentu seperti Islam. Oleh sebab itu, metode analisis yang cepat dan reliabel diperlukan untuk mendeteksi adanya lemak babi pada sediaan kosmetik. Metode spektrofotometri FTIR telah banyak dijadikan pilihan dalam analisis minyak dan lemak karena metode ini cepat dan tidak merusak, sensitif, penanganan sampel mudah, dan ramah lingkungan. Minyak jarak merupakan komponen minyak yang sering digunakan dalam pembuatan lipstik karena viskositasnya yang tinggi dan kemampuannya untuk melarutkan *staining-dye* yang baik. Oleh sebab itu, pada penelitian ini, minyak jarak digunakan sebagai campuran minyak dalam lemak babi.

Analisis lemak babi baik dalam campurannya dengan minyak jarak dalam formula lipstik menggunakan metode spektrofotometri FTIR yang dikombinasikan dengan kalibrasi multivariat telah dilakukan. Lemak/minyak yang diperoleh dengan tiga metode ekstraksi yang berbeda telah dibandingkan. Analisis kualitatif dilakukan dengan teknik analisis multi komponen (PCA), sedangkan analisis kuantitatif dilakukan dengan bantuan teknik *partial least square* (PLS). Hasil penelitian menunjukkan ketiga metode ekstraksi mampu memberikan pengelompokan yang baik dengan bantuan analisis PCA pada bilangan gelombang 1200-800 cm^{-1} . Hasil terbaik diperoleh pada metode ekstraksi Bligh dan Dyer. Analisis PLS pada bilangan gelombang 1200-800 cm^{-1} menunjukkan bahwa metode Bligh dan Dyer memberikan nilai koefisien determinasi (R^2) yang terbesar dan nilai *root mean square error of calibration* (RMSEC) maupun *root mean square error of prediction* (RMSEP) yang terkecil.

Kata kunci : lipstik, lemak babi, spektrofotometri FTIR, kalibrasi multivariat

ABSTRACT

ANALYSIS OF LARD IN LIPSTICK FORMULATION USING INFRARED SPECTROPHOTOMETRY AND MULTIVARIATE CALIBRATION

In cosmetics, lard is usually used as an emulsifying agent, emollient, occlusive and viscosity-increasing agent. Lipstick is a cosmetic product that is widely used by women. However, the use of lard in cosmetics is prohibited by certain religion, such as Islam. Therefore, an analytical method offering fast and reliable result is necessary to detect the presence of lard in cosmetic products. Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy has become a good choice in the analysis of oils and fats because it is fast and non-destructive, sensitive, easy sample handling, and environmentally friendly. Castor oil is an oil component that is often used in the formulation of lipstick because of its high viscosity and its good ability to dissolve staining-dye. For this reason, in this study, castor oil was used as oil mixture with lard.

Analysis of lard in lipstick formulation containing castor oil has been performed using FTIR spectrophotometric method combined with multivariate calibration. Fat/oil samples obtained by three fat/oil extraction methods have been compared. Qualitative analysis was done by principle component analysis (PCA) technique, while quantitative analysis was done by partial least square (PLS) technique. Results showed that, in all samples prepared by the three extraction method, PCA is able to identify fat/oil at wavelength range of 1200-800 cm^{-1} with the best result was obtained by Bligh dan Dyer method. PLS analysis at wavelength range of 1200-800 cm^{-1} showed that Bligh dan Dyer gave the highest determination coefficient (R^2) and the smallest root mean square error of calibration (RMSEC) as well as root mean square error of prediction (RMSEP) values.

Keywords : lipstick, lard, FTIR spectrophotometry, multivariate calibration