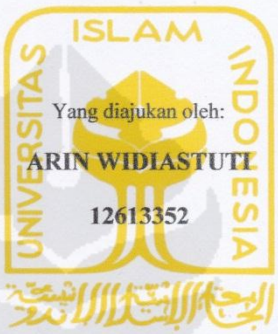
SKRIPSI

VALIDASI METODE ANALISIS SENYAWA KORTIKOSTEROID TOPIKAL DALAM KRIM WAJAH DENGAN METODE KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS (KLT) – DENSITOMETRI



Yang diajukan oleh:

ARIN WIDIASTUTI

12613352

Telah disetujui oleh:

Pembimbing Utama,	Pembimbing Pendamping,
Ari Wibowo, M.Sc., Apt	Sista Werdyani, M. Biotech., Apt

SKRIPSI

VALIDASI METODE ANALISIS SENYAWA KORTIKOSTEROID TOPIKAL DALAM KRIM WAJAH DENGAN METODE KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS (KLT) – Ddensitometri

Oleh:

ARIN WIDIASTUTI

12613352

Telah lolos uji etik penelitian

dan dipertahankan di hadapan Panitia Penguji Skripsi

Program Studi Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Islam Indonesia

Tanggal:

13 Maret 2017

Ketua Penguji	: Ari Wibowo, M.Sc., Apt	( )
Anggota Penguji	: 1. Sista Werdyani M.Biotech., Apt	( )
	2. Yuli Rohyami, S.Si., M.Sc.	( )
	3. Mai Anugrahwati, S.Si., M.Sc.	( )

Mengetahui,

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Islam Indonesia

Drs. Allwar, M.Sc., Ph.D

iii

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa dalam skrpsi ini tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu Perguruan Tinggi dan sepanjang pengetahuan saya juga tidak terdapat karya atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan diterbitkan dalam daftar pustaka.

Yogyakarta, 17 Maret 2016

Penulis,



Arin Widiastuti

iv

KATA PENGANTAR

بِسْمِ اللهِ الرَّحْمٰنِ الرَّحِيْمِ

Assalamualaikum Wr. Wb.

Segala puji dan syukur kehadirat Allah SWT, karena berkat rahmat dan hidayat-Nya, penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul Validasi Metode Analisis Senyawa Kortikosteroid Topikal Dalam Krim Wajah Dengan Metode Kromatografi Lapis Tipis (KLT) – Densitometri. Penulisan skripsi ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Farmasi Prodi Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia. Penulis menyadari bahwa tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan skripsi ini, sangatlah sulit bagi penulis untuk menyelesaikan skripsi ini. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Bapak Ari Wibowo, M.Sc., Apt. dan Ibu Sista Werdyani, M. Biotech., Apt. selaku dosen pembimbing yang telah menyediakan waktu, tenaga, dan pikiran untuk membimbing penulis dalam menyusun skripsi ini.
2. Ibu Yuli Rohyami, S.Si., M.Sc. dan Ibu Mai Anugrahwati, S.Si., M.Sc. selaku dosen penguji yang telah memberikan saran untuk penyusunan skripsi ini.
3. Bapak Drs. Allwar, M.Sc., Ph. D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
4. Bapak Pinus Jumaryatno, S.Si., M. Phil., Ph.D., Apt. selaku Ketua Program Studi Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
5. Dosen-dosen pengajar Program Studi Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia yang telah memberikan banyak pengetahuan kepada penulis.
6. Bapak Riyanto dan Bapak Yon Haryanto selaku laboran laboratorium biologi farmasi yang telah banyak membantu penulis selama penelitian berlangsung.

7. Pihak-pihak lain yang tidak dapat disebutkan satu persatu yang telah membantu penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.

Akhir kata, penulis berharap semoga Allah SWT berkenan membalas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu. Semoga skripsi ini dapat membawa manfaat bagi pengembangan ilmu pengetahuan.

Wassalamualaikum Wr. Wb.

Yogyakarta, 17 Maret 2017

Penulis,

Arin Widiastuti

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL i
HALAMAN PERSETUJUAN ii
HALAMAN PENGESAHAN iii
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS iv
KATA PENGANTAR v
DAFTAR ISI vii
DAFTAR GAMBAR x
DAFTAR TABEL xi
DAFTAR RUMUS xii
DAFTAR LAMPIRAN xiii
INTISARI xiv
ABSTRACT xv

BAB I PENDAHULUAN 1

1.1 Latar Belakang Masalah 1
1.2 Perumusan Masalah 3
1.3 Tujuan Penelitian 3
1.4 Manfaat Penelitian 3

BAB II STUDI PUSTAKA 4

2.1 Tinjauan Pustaka 4
2.1.1. Kosmetik 4
2.1.1.1. Definisi Kosmetik 4
2.1.1.2. Penggolongan Kosmetik 4
2.1.2. Krim 6
2.1.3. Kortikosteroid Topikal 6
2.1.4. Kromatografi Lapis Tipis 11
2.1.4.1. Prinsip KLT 11
2.1.4.2. Fase Diam KLT 11

2.1.4.3. Fase Gerak KLT 12
2.1.4.4. Kelebihan dan Kekurangan KLT 12
2.1.5. Densitometri 13
2.1.6. Validasi Metode 13
2.1.6.1. Definisi Validasi Metode 13
2.1.6.2. Parameter Validasi Metode 14
2.2. Landasan Teori 18
2.3. Hipotesis 19

BAB III METODE PENELITIAN 20
3.1. Bahan dan Alat 20
3.1.1. Bahan 20
3.1.2. Alat 20
3.2. Cara Penelitian 20
3.2.1 Pembuatan Fase Gerak 20
3.2.2 Pembuatan Larutan Penampak Bercak 20
3.2.3 Pembuatan Stok Larutan Baku Betametason Valerat dan Triamsinolon Asetonida 5000 ppm 21
3.2.4 Pembuatan Larutan Baku Tunggal Betametason Valerat dan Triamsinolon Asetonida 1000 ppm 21
3.2.5 Pembuatan Larutan Baku Campuran Betametason Valerat dan Triamsinolon Asetonida 1000 ppm 21
3.2.6 Pembuatan Larutan Uji 21
3.2.7 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum 22
3.2.8 Pembuatan Kurva Baku Betametason Valerat dan Triamsinolon Asetonida 22
3.2.9 Validasi Metode Analisis 22
3.2.9.1. Uji Spesifisitas 22
3.2.9.2. Uji Linearitas, Batas Deteksi, dan Batas Kuantifikasi 22
3.2.9.3. Uji Presisi 23
3.2.9.4. Uji Akurasi 23

3.2.9.5. Kisaran (*Range*) 23
3.2.10. Identifikasi Kandungan Kortikosteroid Topikal di dalam Krim Wajah 24
3.2.11. Penetapan Kadar Kortikosteroid Topikal di dalam Krim Wajah 24
3.3. Analisis Hasil 24

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN 26
4.1. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum (λ_{maks}) 26
4.2. Pembuatan Kurva Baku 28
4.3. Validasi Metode Analisis 29
4.3.1. Uji Spesifisitas 29
4.3.2. Uji Linearitas, Batas Deteksi, dan Batas Kuantifikasi 31
4.3.3. Uji Presisi 32
4.3.4. Uji Akurasi 34
4.3.5. Kisaran (*Range*) 35
4.4. Identifikasi Kandungan Kortikosteroid Topikal di dalam Sediaan Krim Wajah 35
4.5. Penetapan Kadar Kortikosteroid Topikal di dalam Sediaan Krim Wajah 38

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN 39
5.1. Kesimpulan 39
5.2. Saran 39

DAFTAR PUSTAKA 40

LAMPIRAN 43

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1.	Struktur kortison.....	6
Gambar 2.2.	Struktur betametason valerat.....	9
Gambar 2.3.	Struktur triamsinolon asetonida	10
Gambar 4.1.	Bagian kromofor betametason valerat	27
Gambar 4.2.	Bagian kromofor triamsinolon asetonida.....	27
Gambar 4.3.	Spektra larutan baku tunggal betametason valerat.....	27
Gambar 4.4.	Spektra larutan baku tunggal triamsinolon asetonida	28
Gambar 4.5.	Kromatogram hasil uji spesifisitas betametason valerat dan triamsinolon asetonida	30
Gambar 4.6.	Hubungan kadar betametason valerat dengan AUC	31
Gambar 4.7.	Hubungan kadar triamsinolon asetonida dengan AUC.....	31
Gambar 4.8.	Hasil identifikasi kortikosteroid topikal di bawah sinar UV	36
Gambar 4.9.	Hasil identifikasi kortikosteroid topikal dengan larutan penampak bercak.....	37

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1.	Klasifikasi potensi kortikosteroid topikal menurut BNF	8
Tabel 2.2.	Elemen data yang dibutuhkan untuk uji validasi	14
Tabel 2.3.	Kisaranpenerimaan %*recovery* berdasarkan kadar analit	15
Tabel 2.4.	Hubungan konsentrasi dengan RSD	16
Tabel 3.1.	Perkiraan warna bercak dan nilai Rf senyawa kortikosteroid.....	24
Tabel 4.1.	Data pembuatan kurva baku betametason valerat.....	28
Tabel 4.2.	Data pembuatan kurva baku triamsinolon asetonida	29
Tabel 4.3.	Nilai resolusi (Rs) baku campuran betametason valerat dan triamsinolon asetonida	30
Tabel 4.4.	Data presisi betametason valerat.....	33
Tabel 4.5.	Data presisi triamsinolon asetonida	33
Tabel 4.6.	Data akurasi betametason valerat	34
Tabel 4.7.	Data akurasi triamsinolon asetonida.	35

DAFTAR RUMUS

Rumus 2.1. Persen perolehan kembali 15

Rumus 2.2. Standar deviasi (SD) 16

Rumus 2.3. *Relative Standard Deviation* (RSD) 16

Rumus 2.4. RSD Horwitz 16

Rumus 2.5. Batas deteksi (LOD) 17

Rumus 2.6. Batas kuantifikasi (LOQ) 17

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1.	Sertifikat analisis betametason valerat	43
Lampiran 2.	Sertifikat analisis triamsinolon asetonida.....	44
Lampiran 3.	Data dan perhitungan pembuatan kurva baku	45
Lampiran 4.	Contoh perhitungan nilai resolusi	46
Lampiran 5.	Contoh perhitungan nilai LOD dan LOQ.....	47
Lampiran 6.	Data dan perhitungan uji presisi.....	47
Lampiran 7.	Data dan perhitungan uji akurasi.....	49
Lampiran 8.	Kromatogram identifikasi kandungan kortikosteroid topikal di dalam krim wajah racikan dokter.....	51
Lampiran 9.	Kromatogram uji spesifisitas.....	60
Lampiran 10.	Kromatogram uji linearitas	63
Lampiran 11.	Kromatogram uji presisi.....	66
Lampiran 12.	Kromatogram uji akurasi.....	70

VALIDASI METODE ANALISIS SENYAWA KORTIKOSTEROID TOPIKAL DALAM KRIM WAJAH DENGAN METODE KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS (KLT) – DENSITOMETRI

Arin Widiastuti
Prodi Farmasi

INTISARI

Berdasarkan keputusan yang dikeluarkan oleh BPOM tahun 2011, kortikosteroid topikal (KT) termasuk ke dalam salah satu bahan yang dilarang penggunaannya dalam kosmetik karena dapat menimbulkan berbagai macam efek samping berbahaya. Meskipun demikian, di negara-negara Afrika, Asia, dan bahkan Amerika KT kerap disalahgunakan sebagai agen pencerah kulit (*bleaching agent*) dalam bentuk krim wajah. KT yang paling banyak disalahgunakan sebagai pencerah kulit adalah KT dengan potensi *super potent, potent,* dan *moderate*. Penelitian ini bertujuan untuk mengidentifikasi dan mengkuantifikasi kandungan KT di dalam krim wajah dengan menggunakan metode kromatografi lapis tipis (KLT)-densitometri. Identifikasi dilakukan menggunakan KLT dimana nilai Rf sebagai parameternya, dan kuantifikasi dilakukan menggunakan densitometer. Validasi metode menunjukkan bahwa metode KLT-densitometri telah valid dan dapat digunakan untuk melakukan identifikasi dan penetapan kadar kortikosteroid topikal di dalam krim wajah racikan dokter. Hasil uji spesifisitas diperoleh nilai resolusi sebesar 1,61. Uji linearitas betametason valerat dan triamsinolon asetonida diperoleh nilai r keduanya masing-masing sebesar 0,9995 dan 0,9993. Nilai %RSD betametason valerat = 1,92% dan triamsinolon asetonida = 3,89%. Hasil uji akurasi didapatkan nilai perolehan kembali betametason valerat sebesar 97,48% dan triamsinolon asetonida sebesar 98,30%. Hasil identifikasi dan penetapan kadar menunjukkan kelima sampel krim wajah yang diujikan tidak mengandung betametason valerat dan triamsinolon asetonida.

Kata Kunci : Kortikosteroid topikal, kosmetik, *bleaching agent*, KLT-densitometri, validasi metode.

THE METHOD ANALYSIS VALIDATION OF TOPICAL CORTICOSTEROIDS COMPOUNDS IN FACE CREAM USING THIN LAYER CHROMATOGRAPHY (TLC) – DENSITOMETRY

Arin Widiastuti
Pharmacy Study Program

ABSTRACT

Based on the decision that issued by BPOM in 2011, topical corticosteroid (TC) was included in one of the ingredients that has been banned for cosmetics use because it may cause a variety of dangerous effects. Nevertheless, in Africa, Asia, and America, TC is misused as a bleaching agent in the form of face cream. The TC that the most widely abused as a bleaching agent is super potent, potent, and moderate. This study aims to identify and quantify the TC in the face cream using thin layer chromatography (TLC)-densitometry. Rf value is the parameter for the identification, and densitometer is used for the quantification. The validation resulted that TLC-densitometry method has good validity and it can be used for identified and quantified the topical corticosteroids in face cream. Specificity test showed that this method can separated the mixture of betamethasone valerate and triamcinolone acetonide well, as showed as its resolution factor was 1,61. R value as the linearity parameter of betamethasone valerate and triamcinolone acetonide was 0,9995 and 0,9993. The %RSD value of betamethasone valerate was 1,89% and triamcinolone acetonide was 2,75%. Accuracy test of betamethasone valerate obtained recovery percentage 97,48% and triamcinolone acetonide 98,30%. Identification and quantification test resulted five samples of face cream were not contain betamethasone valerate and triamcinolone acetonide.

Keywords: Topical corticosteroid, cosmetic, bleaching agent, TLC-densitometry, method validation.