

**VALIDASI METODE PENETAPAN KADAR  
RESORSINOL DALAM SEDIAAN KRIM WAJAH  
SECARA KLT-DENSITOMETRI**



**MELANI ANGELA INDRAYANI RAYMANUS  
2443010164**

**PROGRAM STUDI S1  
FAKULTAS FARMASI  
UNIVERSITAS KATOLIK WIDYA MANDALA  
SURABAYA**

**2014**

**VALIDASI METODE PENETAPAN KADAR RESORSINOL  
DALAM SEDIAAN KRIM WAJAH SECARA KLT-DENSITOMETRI**

**SKRIPSI**

Diajukan untuk memenuhi sebagian persyaratan  
Memperoleh gelar Sarjana Farmasi Program Studi Strata 1  
di Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya

**OLEH**

**MELANI ANGELA INDRAYANI RAYMANUS**

**2443010164**

Telah disetujui pada tanggal 23 Januari 2014 dan dinyatakan LULUS

Pembimbing I,



Henry Kurnia, S.Si., M.Si., Apt.  
NIK. 241.97.0283

Pembimbing II,



Senny Y. Esar, S.Si., M.Si., Apt.  
NIK. 241.01.0520

Mengetahui  
Ketua Penguji



Emi Sukarti, M.Si., Dra., Apt.  
NIK. 241.81.0081

LEMBAR PERSETUJUAN  
PUBLIKASI KARYA ILMIAH

Demi perkembangan ilmu pengetahuan, saya menyetujui skripsi/karya ilmiah saya, dengan judul : **Validasi Metode Penetapan Kadar Resorsinol dalam Sediaan Krim Wajah secara KLT-Densitometri** untuk dipublikasikan atau ditampilkan di internet atau media lain yaitu *Digital Library* Perpustakaan Unika Widya Mandala Surabaya untuk kepentingan akademik sebatas sesuai dengan Undang-Undang Hak Cipta.

Demikian pernyataan persetujuan publikasi karya ilmiah ini saya buat dengan sebenarnya.

Surabaya, 23 Januari 2014



Melani Angela Indrayani Raymanus

2443010164

Saya menyatakan dengan sesungguhnya bahwa hasil tugas akhir ini adalah benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri. Apabila dikemudian hari diketahui bahwa skripsi ini merupakan hasil plagiarisme, maka saya bersedia menerima sanksi berupa pembatalan kelulusan dan atau pencabutan gelar yang saya peroleh.

Surabaya, 23 Januari 2014



Melani Angela Indrayani Raymanus

2443010164

## ABSTRAK

### VALIDASI METODE PENETAPAN KADAR RESORSINOL DALAM SEDIAAN KRIM WAJAH SECARA KLT-DENSITOMETRI

**Melani Angela Indrayani Raymanus**  
**2443010164**

Dalam penelitian ini, peneliti melakukan validasi metode agar mendapatkan metode yang valid untuk penetapan kadar resorsinol dalam sediaan krim wajah. Metode yang digunakan adalah KLT-Densitometer dengan menggunakan plat silika gel GF<sub>254</sub> sebagai fase diam. Pada hasil uji selektivitas diperoleh fase gerak terpilih yaitu campuran kloroform : etil asetat 7 : 3 (v/v) dengan memperoleh harga  $R_s = 1,84$  dan harga  $R_f = 0,41$ , serta diperoleh panjang gelombang pada 275 nm. Pada uji linieritas diperoleh hasil yang baik dan tidak ada perbedaan bermakna selama 3 hari pengujian, karena memiliki  $F_{hitung} (0,44) < F_{tabel} (4,26)$ . Sedangkan pada uji akurasi dan presisi, diperoleh % rekoveri<sub>rata-rata</sub>  $\pm$  SD sebesar 99,21 $\pm$ 0,36; 97,98  $\pm$ 0,97; 102,69 $\pm$ 1,23, diperoleh KV sebesar 0,37%; 0,99%; 1,19%, serta harga  $T_{hitung}$  3,81; 3,60; 3,78 secara berurutan untuk konsentrasi 50%, 100% dan 150%. Dari hasil yang diperoleh, dapat disimpulkan bahwa metode ini dapat digunakan dalam penetapan kadar resorsinol dalam sediaan krim wajah.

Kata Kunci : Resorsinol, Metode validasi, KLT, Krim.

## ABSTRACT

### VALIDATION OF TLC-DENSITOMETRY METHOD FOR ASSAY OF RESORCINOL IN FACIAL CREAM

Melani Angela Indrayani Raymanus  
2443010164

In this study, validation method to obtain a valid method for the assay of resorcinol in facial cream was conducted. The method used was TLC-Densitometry by using plate silica gel GF<sub>254</sub> as the stationary phase. In the test selectivity, selected mobile phase was a mixture of chloroform : ethyl acetate 7 : 3 (v/v) obtaining which value  $R_s$  of 1.84 and  $R_f$  of 0.41, and the wavelength at 275 nm. In the linearity test, no significance difference for 3 days of testing, because  $F_{\text{arithmetic}} (0,44) < F_{\text{table}} (4,26)$ . While in test accuracy and precision, obtained % recovery<sub>average</sub>  $\pm$  SD of  $99.21 \pm 0.36$ ;  $97.98 \pm 0.97$ ;  $102.69 \pm 1.23$ , respectively KV was obtained by value of 0.37%; 0.99%; 1.19%, and the value of  $T_{\text{arithmetic}}$  3.81; 3.60; 3,78 sequentially to a concentration of 50% , 100% and 150%. Based on the result obtained, it can be concluded that this method can be used for assay resorcinol in facial cream.

Keywords : Resorcinol, Validation method, TLC, cream.

## KATA PENGANTAR

Segala hormat, puji dan syukur bagi Tuhan Yesus Kristus dan Bunda Maria atas berkat, anugerah dan rahmat-Nya yang berlimpah kepada penulis sehingga dapat menyelesaikan skripsi berjudul “Validasi Metode Penetapan Kadar Resorsinol dalam Sediaan Krim Wajah secara KLT-Densitometri” sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi pada Fakultas Farmasi Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.

Menyadari bahwa tanpa bantuan dari berbagai pihak skripsi ini tidak dapat terselesaikan dengan baik, maka pada kesempatan ini saya ingin menyampaikan terima kasih sebesar-besarnya kepada Yang Terhormat:

1. Bapak Henry Kurnia Setiawan, M.Si., Apt. selaku dosen pembimbing I yang telah meluangkan waktu guna membimbing dalam menyelesaikan skripsi ini.
2. Ibu Senny Yesery Esar, M.Si., Apt. selaku dosen pembimbing II yang telah meluangkan waktu guna membimbing dalam menyelesaikan skripsi ini dan sebagai pembimbing akademik yang telah memberi motivasi dalam perkuliahan.
3. Emi Sukarti, M.Si., Dra., Apt selaku penguji I yang telah memberikan masukan dan perbaikan dalam skripsi ini.
4. Bapak Marcellino R.,Ph.D.,Drs.,Apt selaku penguji II yang telah memberikan masukan dan perbaikan dalam skripsi ini.
5. Bapak Kuncoro Foe, Ph.D., G.Dip.Sc., Drs., Apt selaku rektor Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya.
6. Ibu Martha Ervina, S.Si., M.Si., Apt selaku Dekan Fakultas Farmasi UNIKA Widya Mandala Surabaya.

7. Ibu M.M. Farida Lanawati, S.Si., M.Sc. yang memberikan semangat dan kata-kata motivasi.
8. Kedua orang tua tercinta yaitu Bapak Theodorus Frederikus Seran Tefa dan ibu Imelda Haki Tuames yang sangat membantu dan memberikan semangat secara moril dan spiritual dalam penulisan dan pengerjaan skripsi ini.
9. Saudara tercinta Elvira Raymanus, Valeria Raymanus dan Wilfrida Raymanus yang telah membantu dengan memberikan semangat dan doa dalam menyelesaikan skripsi ini.
10. Saudara Stefanus Amsikan yang telah membantu dalam menyusun skripsi dan motivasi serta doa.
11. Kepala Laboratorium Instrumen, Laboratorium Kimia Analisis Universitas Katolik Widya Mandala yang telah menyediakan fasilitas laboratorium guna menunjang dalam menyelesaikan skripsi ini.
12. Sahabat saya Angela Diana Nyaga dan Della Handyono, Angel sebagai teman seperjuangan dalam menyusun skripsi ini.
13. Sahabat-sahabat saya yaitu Gek Is, Helena, Ria, Acy, Iren, Orsy, Nevy, yang telah memberikan semangat dan motivasi.
14. Kepada Laboran yaitu Mbak Mega dan Pak Heri yang telah memberikan banyak bantuan dan waktu dalam pengerjaan skripsi ini.
15. Kepada semua pihak yang telah memberikan bantuan baik moril maupun material sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.

Semoga segala bantuan dan dorongan yang telah diberikan mendapat balasan dan rahmat dari Tuhan Yang Maha Esa. Menyadari bahwa skripsi ini jauh dari sempurna, oleh karena itu sangat diharapkan kritik dan saran



yang membangun. Akhir kata semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi masyarakat luas yang merupakan konsumen.

Surabaya, 23 januari 2014

Penulis

## DAFTAR ISI

	Halaman
Abstrak .....	i
Abstract.....	ii
Kata Pengantar.....	iii
Daftar Isi .....	vi
Daftar Tabel.....	ix
Daftar Gambar .....	x
Daftar Lampiran .....	xii
<b>BAB</b>	
1. PENDAHULUAN .....	1
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Rumusan Masalah.....	4
1.3. Tujuan Penelitian .....	4
1.4. Manfaat Penelitian .....	4
2. TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1. Uraian Tentang Kosmetik.....	5
2.1.1. Definisi Kosmetik .....	5
2.1.2. Definisi Krim .....	6
2.2. Uraian Tentang Resorsinol .....	6
2.3. Uraian Tentang Kromatografi.....	7
2.3.1. Kromatografi .....	7
2.3.2. Kromatografi Lapis Tipis (KLT).....	8
2.3.3. Fase Gerak (Pelarut Pengembang) .....	10
2.3.4. Fase Diam .....	11

BAB	Halaman
2.3.5. Analisis Kualitatif dengan Metode Kromatografi Lapis Tipis (KLT) .....	12
2.4. Uraian Tentang Densitometri .....	12
2.4.1. Teori Kubelka-Munk.....	13
2.4.2. Prinsip Pengukuran Densitometer .....	14
2.5. Validasi Metode Analisis Kimia.....	16
2.5.1. Selektivitas dan Spesifisitas .....	17
2.5.2. Linieritas .....	19
2.5.3. Akurasi dan Presisi.....	20
3. METODOLOGI PENELITIAN.....	22
3.1. Bahan dan Alat .....	22
3.1.1. Bahan .....	22
3.1.2. Alat.....	22
3.1.3. Sampel.....	22
3.2. Rancangan Penelitian.....	23
3.3. Prosedur Penelitian .....	24
3.3.1. Matriks Krim.....	24
3.3.2. Penyiapan Fase Gerak.....	24
3.3.3. Larutan Baku Induk Resorsinol.....	24
3.3.4. Larutan Matriks dalam Etanol.....	24
3.3.5. Larutan Campuran Bahan Aktif dan Matriks .....	25
3.4. Validasi Metode Penetapan Kadar Resorsinol secara KLT-Densitometri .....	25
3.4.1. Selektivitas .....	25
3.4.2. Linieritas .....	25
3.4.3. Akurasi dan Presisi.....	26
3.5. Aplikasi Metode Penetapan Kadar dalam Krim yang Mengandung Resorsinol .....	27

BAB	Halaman
3.6. Teknik Analisis Data .....	27
3.6.1. Selektivitas .....	27
3.6.2. Linieritas .....	28
3.6.3. Akurasi .....	29
3.6.4. Presisi .....	29
3.6.5. Hipotesis Statistik .....	30
3.7. Skema Kerja .....	30
4. HASIL DAN PEMBAHASAN .....	31
4.1. Hasil Uji Selektivitas .....	31
4.1.1. Pemilihan Fase Gerak.....	31
4.1.2. Pemilihan Panjang Gelombang .....	36
4.2. Hasil Uji Linieritas .....	37
4.2.1. Linieritas Replikasi I pada Hari pertama.....	37
4.2.2. Linieritas Replikasi II pada Hari Kedua.....	37
4.2.3. Linieritas Replikasi III pada Hari Ketiga .....	38
4.3. Hasil Uji Akurasi dan Presisi Sampel .....	40
4.3.1. Analisis Akurasi dan Presisi.....	40
4.4. Aplikasi Terhadap Sampel.....	41
4.5. Interpretasi Penemuan .....	43
5. KESIMPULAN DAN SARAN .....	48
5.1. Kesimpulan .....	48
5.2. Saran .....	48
Daftar Pustaka.....	49
Lampiran.....	53

## DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1. Pemilihan Pelarut untuk Resorsinol .....	6
2.2. Persyaratan Parameter Validasi Menurut Kategori Analisis .....	17
4.1. Harga Faktor Retardasi (Rf), Resolusi (Rs) dan Faktor Asimetris (As) dari Resorsinol dengan Menggunakan 2 Macam Fase Gerak .....	31
4.2. Hasil Uji Linieritas Hari Pertama .....	37
4.3. Hasil Uji Linieritas Hari Kedua.....	38
4.4. Hasil Uji Linieritas Hari Ketiga.....	38
4.5. Hasil Uji Akurasi dan Presisi dengan Konsentrasi 50 %, 100 % dan 150 %.....	40
4.6. Perhitungan Jumlah dan Kadar Resorsinol dalam Sediaan Krim Wajah.....	43

## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1. Struktur Kimia Resorsinol.....	6
2.2. Diagram Optik Densitometer berdasarkan Transmisi .....	14
2.3. Diagram Optik Densitometer berdasarkan Reflektansi .....	15
2.4. Diagram Optik Densitometer berdasarkan Fluoresensi.....	15
4.1. Hasil Pemisahan Noda Resorsinol Setelah Eluasi dengan Fase Gerak Heksana : Etil Asetat = 7 : 3 (v/v) .....	32
4.2. Hasil Pemisahan Noda Resorsinol Setelah Eluasi dengan Fase Gerak Kloroform : Etil Asetat = 7 : 3 (v/v) .....	32
4.3. Densitogram Resorsinol dengan Menggunakan Fase Gerak Heksana : Etil Asetat = 7 : 3 (v/v) .....	33
4.4. Densitogram Matriks dengan Menggunakan Fase Gerak Heksana : Etil Asetat = 7 : 3 (v/v) .....	34
4.5. Densitogram Resorsinol dengan Menggunakan Fase Gerak Kloroform : Etil Asetat = 7 : 3 (v/v) .....	34
4.6. Densitogram Matriks dengan Menggunakan Fase Gerak Kloroform : Etil Asetat = 7 : 3 (v/v) .....	35
4.7. Densitogram Hasil Pemisahan Resorsinol dan Matriks dengan Menggunakan Fase Gerak Heksana : Etil Asetat = 7 : 3 (v/v) .....	35
4.8. Densitogram Hasil Pemisahan Resorsinol dan Matriks dengan Menggunakan Fase Gerak Kloroform : Etil Asetat = 7 : 3 (v/v) .....	36
4.9. Hasil Pemilihan Panjang Gelombang Resorsinol dengan Menggunakan Fase Gerak Terpilih .....	36
4.10. Kurva Hubungan Respon Detektor dengan Konsentrasi yang Dilakukan Sebanyak Tiga Kali Replikasi.....	39
4.11. Densitogram Sampel A .....	41

Gambar	Halaman
4.12. Densitogram Sampel B.....	42
4.13. Densitogram Sampel C.....	42
4.14. Scan Spektrum Sampel A dan Sampel B Sebanyak Tiga Kali Replikasi.....	43

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
A. Contoh Perhitungan Faktor Retardasi ( $R_f$ ).....	53
B. Contoh Perhitungan Resolusi Analit.....	54
C. Contoh Perhitungan Faktor Asimetris.....	55
D. Contoh Perhitungan Indeks Kepolaran .....	56
E. Contoh Perhitungan Harga F Berdasarkan Hasil Uji Linieritas Resorsinol Sebanyak Tiga Kali Replikasi .....	57
F. Contoh Perhitungan Uji Akurasi dan Presisi pada Konsentrasi 50%, 100% dan 150% .....	59
G. Contoh Perhitungan Kadar dan Jumlah Sampel dalam Sediaan Krim Wajah Merk A, B dan C dengan Menggunakan Metode KLT-Densitometri.....	63
H. Tabel R.....	65
I. Tabel F .....	66
J. Tabel Indeks Kepolaran .....	67
K. Tabel $t$ .....	68