



UNIVERSITAS INDONESIA

**ANALISIS GLISEROL MONOSTEARAT DAN SETIL  
ALKOHOL DALAM KRIM *SUNBLOCK* SECARA  
KROMATOGRAFI GAS**

**SKRIPSI**

**ANITA HASAN  
0806364851**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
PROGRAM STUDI SARJANA EKSTENSI FARMASI  
DEPOK  
DESEMBER 2010**



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**ANALISIS GLISEROL MONOSTEARAT DAN SETIL  
ALKOHOL DALAM KRIM *SUNBLOCK* SECARA  
KROMATOGRAFI GAS**

**SKRIPSI  
DIAJUKAN SEBAGAI SALAH SATU SYARAT  
UNTUK MEMPEROLEH GELAR SARJANA FARMASI**

**ANITA HASAN  
0806364851**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
PROGRAM STUDI SARJANA EKSTENSI FARMASI  
DEPOK  
DESEMBER 2010**

**HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS**

**Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri, dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk telah saya nyatakan dengan benar.**

**Nama : Anita Hasan**

**NPM : 0806364851**

**Tanda Tangan : **

**Tanggal : Desember 2010**

## HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :  
Nama : Anita Hasan  
NPM : 0806364851  
Program Studi : Farmasi  
Judul Skripsi : Analisis Gliserol Monostearat dan Setil Alkohol  
dalam Krim *Sunblock* secara Kromatografi Gas

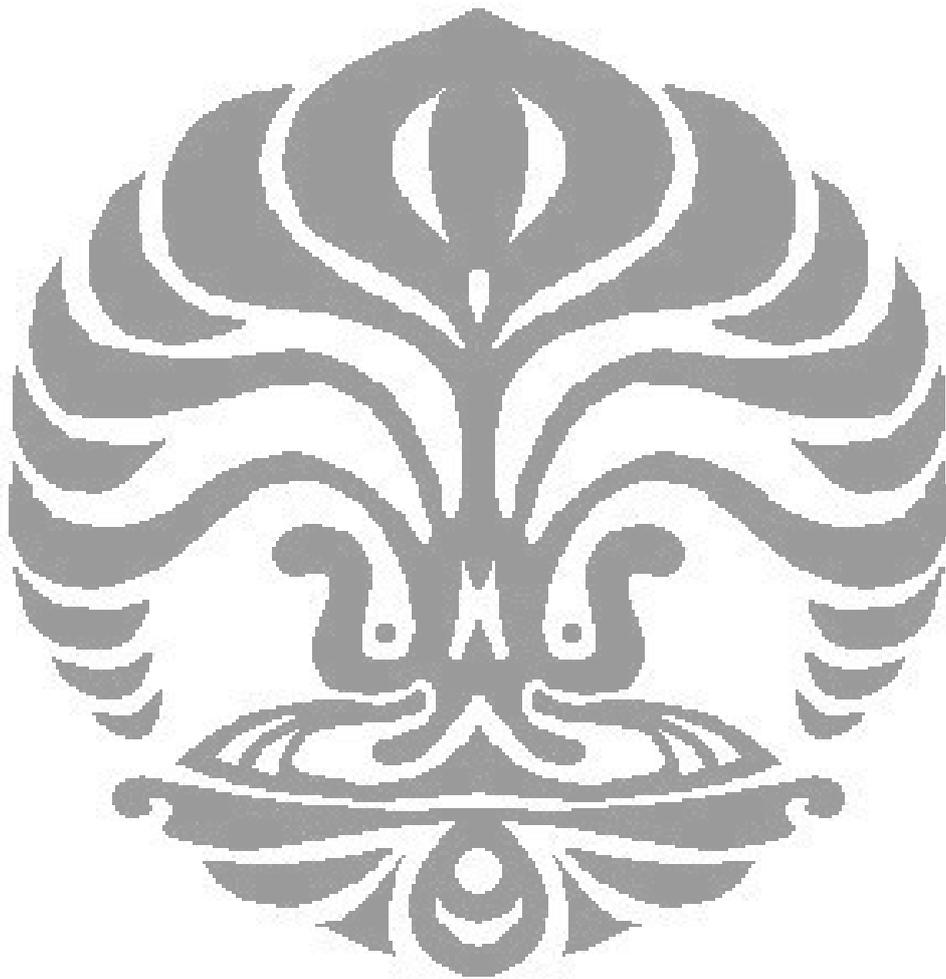
Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi pada Program Studi Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia.

### DEWAN PENGUJI

Pembimbing 1 : Dr. Harmita, Apt. (.....)  
Pembimbing 2 : Dr.Drs. Herman Suryadi, M.S., Apt (.....)  
Penguji 1 : Dr. Nelly D. Leswara, M. Sc, (.....)  
Penguji 2 : Dra. Juhenni, M.S. (.....)  
Penguji 3 : Dr. Silvia Surini, M.Pharm.Sc. (.....)

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : Desember 2010



*I would like to dedicate this thesis to my parents,  
without them my educate would not have been possible*

## KATA PENGANTAR

Alhamdulillah rabbil'alamin, segala puji dan syukur kehadiran Allah SWT yang senantiasa memberikan berkah dan karunianya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini. Penulisan skripsi ini dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Farmasi Jurusan Farmasi pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia. Saya menyadari bahwa, tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan skripsi ini, sangatlah sulit bagi saya untuk menyelesaikan skripsi ini. Oleh karena itu saya mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Dr. Harmita, Apt. selaku Pembimbing I yang telah menyediakan waktu, tenaga dan pikiran untuk mengarahkan saya dalam penyusunan skripsi ini serta telah memberikan saran, bantuan dan dukungan moril selama penelitian dan penyusunan skripsi;
2. Bapak Dr. Drs. Herman Suryadi, M.S., Apt. selaku Pembimbing II yang telah meluangkan waktu untuk membimbing penulis dan memberikan bantuan serta saran selama penelitian berlangsung hingga tersusunnya skripsi ini;
3. Ibu Prof. Dr. Yahdiana Harahap, MS selaku Ketua Departemen Farmasi FMIPA UI;
4. Ibu Dr. Nelly D. Leswara, M. Sc, selaku Pembimbing Akademik yang telah meluangkan waktunya untuk memberikan saran dan masukan akademis kepada penulis selama menempuh masa studi di Departemen Farmasi;
5. Seluruh dosen dan staf administrasi Departemen Farmasi FMIPA UI yang telah banyak memberikan bekal ilmu, berbagi pengalaman, dan pengetahuan kepada penulis selama masa studi di Departemen Farmasi FMIPA UI;
6. Para karyawan dan laboran Departemen Farmasi FMIPA UI terutama Bapak H. Rustam Pa'un, Bapak Imi, Bapak Ma'ruf, Bapak Suroto dan Mas Indra;
7. Bapak-Ibu tercinta, adik saya tersayang (Dian, Dede, Syifa dan Yudha) atas cinta dan do'a yang tak pernah putus, serta motivasi, dukungan dan pengorbanan yang tulus;

8. Mas Irwanto atas kepercayaan dan dukungannya, InsyAllah dengan niat dan ikhtiar dimudahkan menuju jalan ridha-Nya;
9. Sahabat layaknya saudara: Neneng, Ratna, Firi, Fica. Farmasi Ekstensi 2008. Rekan-rekan seperjuangan di Laboratorium Analisis Instrumen: Linda, Yudho, Siska, Made, Enjel, Ima, Sony yang telah berbagi keceriaan dan dukungan moral saat suka maupun duka selama penelitian berlangsung;
10. Teman-teman seperjuangan di Teknologi Farmasetika dan Lab. Farmakologi, terimakasih atas kebersamaannya selama masa penelitian di laboratarium;
11. Semua pihak lain yang tidak dapat disebutkan satu persatu, baik secara langsung maupun tidak langsung telah membantu dalam penelitian dan penyusunan skripsi ini.

Akhir kata, saya berharap Allah SWT. Berkenan membalas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu. Tak ada gading yang tak retak, saya menyadari bahwa dalam penelitian dan penyusunan skripsi ini masih jauh dari sempurna baik dari segi ilmiah, tata bahasa maupun penyajiannya. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi rekan mahasiswa farmasi pada khususnya dan pengembangan dunia farmasi pada umumnya.

Penulis  
2010

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI  
KARYA ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

---

---

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Anita Hasan

NPM : 0806364851

Program Studi : Sarjana Farmasi Ekstensi

Departemen : Farmasi

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Jenis Karya : Skripsi

demikian demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty-Free Right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul :

Analisis Gliserol Monostearat dan Setil Alkohol dalam Krim *Sunblock* secara Kromatografi Gas

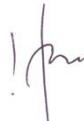
beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia bebas menyimpan, mengalihmedia/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat, dan mempublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : Desember 2010

Yang menyatakan



(Anita Hasan)

## ABSTRAK

Nama : Anita Hasan  
Program studi : Farmasi  
Judul : Analisis Gliserol Monostearat dan Setil Alkohol dalam Krim *Sunblock* secara Kromatografi Gas

Gliserol monostearat dan setil alkohol merupakan dua dari sekian banyak komponen basis krim. Kedua komponen ini mempengaruhi nilai efikasi, konsistensi dan stabilitas krim. Senyawa-senyawa tersebut tidak memiliki gugus kromofor dan berfungsi sebagai basis krim bersama komponen lainnya sehingga metode yang mungkin digunakan adalah kromatografi. Pada penelitian-penelitian sebelumnya, gliserol monostearat dan setil alkohol dapat dianalisis dengan metode kromatografi gas (KG), KCKT atau KLT. Analisis dengan kromatografi gas dari gliserol monostearat dan setil alkohol memerlukan instrumentasi yang berbeda-beda yang meliputi suhu, kolom, gas pembawa, detektor dan injektor. Oleh sebab itu diperlukan suatu metode yang dapat menetapkan kadar senyawa-senyawa tersebut dengan kromatografi gas secara serempak. Kadar gliserol monostearat dan setil alkohol perlu diketahui untuk mengetahui komposisinya dalam formula. Kondisi KG yang digunakan untuk penetapan kadar gliserol monostearat dan setil alkohol adalah suhu terprogram dengan suhu awal kolom 170°C, kenaikan suhu 2°C/menit sampai 220°C suhu dipertahankan selama 5 menit, menggunakan helium sebagai gas pembawa dengan laju alir 1,2 mL/menit. Metode ini linier dengan koefisien korelasi 0,9993 untuk gliserol monostearat dan 0,9994 untuk setil alkohol, dengan rentang 8040-18090 ppm. Batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) gliserol monostearat adalah 479,519 ppm dan 1598,398 ppm dan memiliki koefisien variasi (KV) 1,10-1,39%. Batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) setil alkohol adalah 426,244 ppm dan 1420,795 ppm dan memiliki koefisien variasi (KV) 1,09-1,79%. Penetapan metode ini pada sampel *sunblock* menunjukkan bahwa sampel mengandung gliserol monostearat dan setil alkohol. Kadar gliserol monostearat pada sampel  $(3,19 \pm 0,02)\%$ , kadar setil alkohol pada sampel  $(3,71 \pm 0,07)\%$ .

Kata kunci : gliserol monostearat, setil alkohol, kromatografi gas, *sunblock*,  
XIII + halaman : 9 gambar; 12 tabel; 8 lampiran  
Daftar acuan : 28 (1980-2009)

## ABSTRACT

Name : Anita Hasan  
Program Study : Pharmacy  
Title : Analysis of Glycerol Monostearate and Cetyl Alcohol in Sunblock Cream by Gas Chromatography

Glycerol monostearate and cetyl alcohol are two of the many component of the base cream. Both of these components affect the value of efficacy, consistency and stability of the cream. This compound has no chromophore and used as a cream base with other components therefore the method can be used is chromatography. A previous studies, glycerol monostearat and cetyl alcohol can be analyzed by gas chromatography (GC), HPLC or TLC. Analysis of glycerol monostearate and cetyl alcohol with gas chromatography require different instrumentation, including temperature, column, carrier gas, detector and injector. Therefore we need a method that can determine the level of compounds by gas chromatography simultaneously. Glycerol monostearat and cetyl alcohol concentration need to know to make the cream to resemble the desired cream and the same quality. GC condition for glycerol monostearate and cetyl alcohol determination used temperature programmed with an initial temperature of 170°C column, the temperature rise of 2°C/min to 220°C, using helium as the carrier gas flow rate of 1,2 mL/min. this method was linier with correlation coefficient of 0,9993 for glycerol monostearate and 0,9994 for cetyl alcohol, within the concentration range of 8040-18090 ppm. The limit of detection (LOD) and limit of quantitation (LOQ) glycerol monostearate was 479,519 ppm and 1598,398 ppm and has a coefficient of variation (CV) from 1,10-1,39%. The limit of detection (LOD) and limit of quantitation (LOQ) cetyl alcohol was 426,244 ppm and 1420,795 ppm and has a coefficient of variation (CV) from 1,09-1,79%. Application of this method on sample showed that the samples contain glycerol monostearat and cetyl alcohol. Glycerol monostearat concentration in the sample ( $3.19 \pm 0.02\%$ ), cetyl alcohol concentration in the sample ( $3.71 \pm 0.07\%$ ).

Keywords : cetyl alcohol, gas chromatography, glycerol monostearate, sunblock  
XIII + pages : 9 figures; 12 tables; 8 appendices  
Bibliography : 28 (1980-2009)

## DAFTAR ISI

Halaman

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	<b>i</b>
<b>LEMBAR ORISINILITAS</b> .....	<b>ii</b>
<b>LEMBAR PENGESAHAN</b> .....	<b>iii</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>iv</b>
<b>LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH</b> .....	<b>vi</b>
<b>ABSTRAK</b> .....	<b>vii</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>viii</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>ix</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>xi</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>xii</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	<b>xiii</b>
<b>BAB 1. PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Tujuan Penelitian.....	2
<b>BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	<b>3</b>
2.1 <i>Sunblock</i> .....	3
2.2 Krim .....	3
2.3 Basis Krim <i>Sunblock</i> .....	4
2.4 Komponen-Komponen Basis Krim <i>Sunblock</i> .....	5
2.4.1 Gliserol Monostearat.....	5
2.4.1.1 Sifat fisikokimia.....	5
2.4.1.2 Kegunaan.....	5
2.4.1.3 Metode analisis untuk Gliserol Monostearat....	6
2.4.2 Setil alkohol .....	6
2.4.2.1 Sifat Fisikokimia.....	6
2.4.2.2 Kegunaan.....	7
2.4.2.3 Metode Analisis untuk Setil Alkohol.....	7
2.5 Kromatografi Gas .....	8
2.5.1 Instrumentasi.....	11
2.5.2 Sistem Kromatografi .....	11
2.5.2.1 Gas Pembawa .....	11
2.5.2.2 Pemasukan Cuplikan.....	11
2.5.2.3 Kolom.....	12
2.5.2.4 Fase Diam .....	12
2.5.2.5 Suhu .....	13
2.5.2.6 Detektor .....	14
2.5.2.7 Rekorder/Perekam.....	14
2.5.3 Validasi Metode Analisis .....	15
2.5.3.1 Kecermatan ( <i>accuracy</i> ) .....	15
2.5.3.2 Keseksamaan ( <i>precision</i> ) .....	15
2.5.3.3 Selektivitas ( <i>spesifisitas</i> ).....	16
2.5.3.4 Linearitas dan Rentang.....	16

	2.5.3.5 Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi.....	17
	2.5.3.6 Ketangguhan Metode ( <i>ruggedness</i> ) .....	17
	2.5.3.7 Kekuatan ( <i>robustness</i> ).....	18
<b>BAB 3.</b>	<b>METODE PENELITIAN .....</b>	<b>19</b>
	3.1 Alat .....	19
	3.2 Bahan .....	19
	3.3 Cara Kerja .....	19
	3.3.1 Mencari Kondisi Analisis.....	19
	3.3.2 Basis Krim.....	21
	3.3.3 Validasi Metode Analisis .....	21
	3.3.4 Uji Kualitatif dan Kuantitatif Sampel <i>Sunblock</i> .....	22
<b>BAB 4.</b>	<b>HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>24</b>
	4.1 Pencarian Kondisi Analisis Optimum .....	24
	4.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi dan Linearitas .....	25
	4.3 Pengujian Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi .....	26
	4.4 Uji Keterulangan (Presisi) .....	27
	4.5 Uji Perolehan Kembali (Akurasi) .....	27
	4.6 Penetapan Kadar Gliserol Monostearat dan Setil Alkohol dalam Krim <i>Sunblock</i> .....	28
<b>BAB 5.</b>	<b>KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>	<b>29</b>
	5.1 Kesimpulan .....	29
	5.2 Saran .....	29
<b>DAFTAR ACUAN</b>	<b>.....</b>	<b>30</b>

## DAFTAR GAMBAR

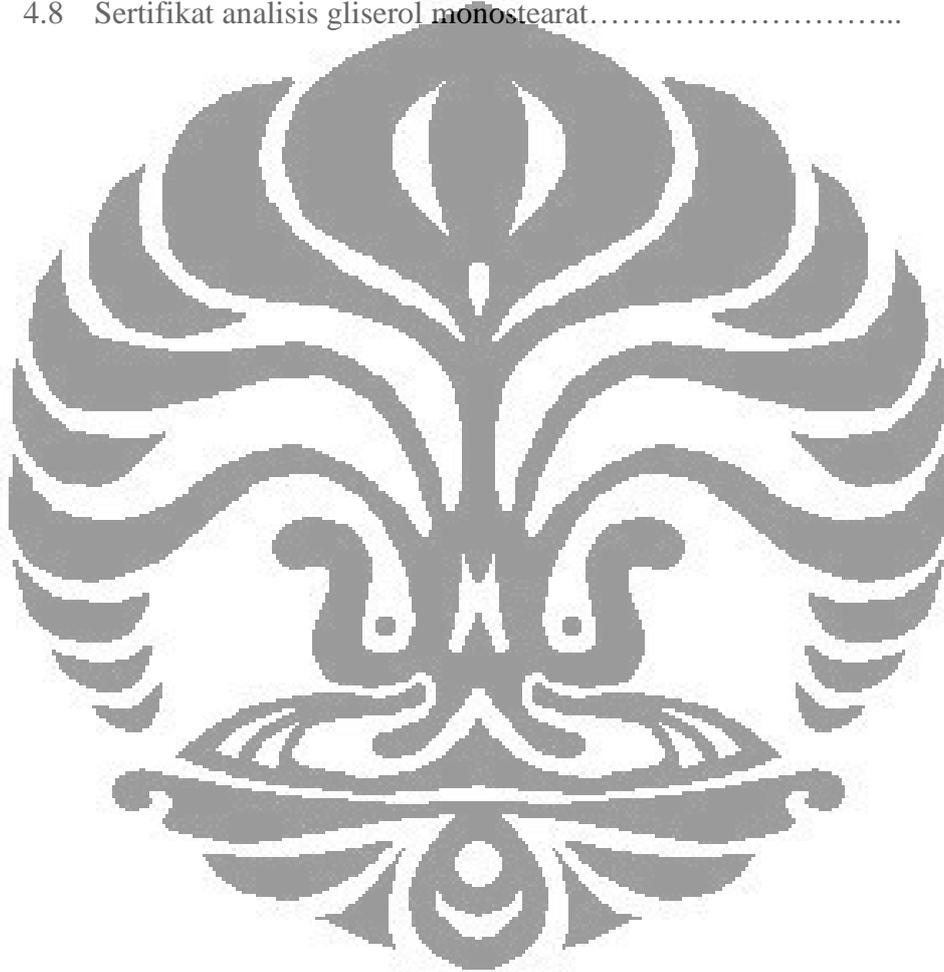
Gambar	Halaman
2.1 Struktur kimia gliserol monostearat.....	5
2.2 Struktur kimia setil alkohol.....	6
3.1 Alat kromatografi gas Shimadzu GC-17A .....	34
3.2 Sampel <i>sunblock</i> yang dianalisa .....	34
4.1 Kromatogram standar gliserol monostearat waktu retensi 6,107 menit pada kondisi analisis .....	35
4.2 Kromatogram standar setil alkohol waktu retensi 7,814 menit pada kondisi analisis .....	36
4.3 Kromatogram standar campuran gliserol monostearat dan setil alkohol termetilasi (waktu retensi gliserol monostearat 6,077 menit dan setil alkohol 7,831 menit) pada kondisi analisis .....	37
4.4 Kurva kalibrasi gliserol monostearat termetilasi .....	38
4.5 Kurva kalibrasi setil alkohol termetilasi .....	39
4.6 Kromatogram upk gliserol monostearat dan setil alkohol termetilasi pada kadar 100% (waktu retensi 6,033 menit dan 7,758 menit) pada kondisi analisis .....	40
4.7 Kromatogram sampel <i>sunblock</i> TBS (waktu retensi gliserol monostearat 6,128 menit dan setil alkohol 7,867 menit) pada kondisi analisis .....	41

## DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
4.1 Pemilihan kondisi analisis optimum penetapan kadar gliserol monostearat dengan variasi suhu awal kolom dan laju alir gas pembawa .....	43
4.2 Pemilihan kondisi analisis optimum penetapan kadar setil alkohol dengan variasi suhu awal kolom dan laju alir gas pembawa .....	44
4.3 Data kurva kalibrasi dan linearitas gliserol monostearat termetilasi .....	45
4.4 Data kurva kalibrasi dan linearitas setil alkohol termetilasi .....	46
4.5 Data batas deteksi dan batas kuantitasi gliserol monostearat termetilasi .....	47
4.6 Data batas deteksi dan batas kuantitasi setil alkohol termetilasi ...	48
4.7 Data uji presisi gliserol monostearat termetilasi .....	49
4.8 Data uji presisi setil alkohol termetilasi .....	50
4.9 Data uji perolehan kembali gliserol monostearat termetilasi.....	51
4.10 Data uji perolehan kembali setil alkohol termetilasi.....	52
4.11 Data penetapan kadar gliserol monostearat dalam krim <i>sunblock</i> ...	53
4.12 Data penetapan kadar setil alkohol dalam krim <i>sunblock</i> .....	54

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
4.1 Komposisi basis krim.....	56
4.2 Cara memperoleh persamaan regresi linier.....	57
4.3 Perhitungan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ)....	58
4.4 Cara perhitungan uji presisi.....	59
4.5 Cara perhitungan uji perolehan kembali.....	60
4.6 Cara perhitungan kadar zat dalam sampel.....	61
4.7 Sertifikat analisis setil alkohol.....	62
4.8 Sertifikat analisis gliserol monostearat.....	63



# BAB 1

## PENDAHULUAN

### 1.1 LATAR BELAKANG

Kulit adalah organ tubuh paling luar yang berfungsi sebagai pembatas dari lingkungan hidup manusia. Luas kulit orang dewasa sekitar 1,5 m<sup>2</sup> dengan berat kira-kira 15% berat badan. Kulit merupakan organ yang esensial dan vital serta merupakan cermin kesehatan dan kehidupan (Wasitaatmadja,1997). Banyak pengaruh lingkungan hidup secara cepat atau lambat masih dapat merusak jaringan kulit manusia, salah satunya adalah sinar matahari.

Krim merupakan istilah yang digunakan dalam dunia farmasi, kedokteran dan kosmetik sebagai sediaan berbentuk emulsi dan bersifat semi solid. Krim biasanya digunakan untuk pemakaian pada kulit atau membran mukosa. Absorpsi obat yang optimal adalah pada obat yang larut dalam air dan larut dalam minyak, maka bentuk pembawa yang cocok untuk memperoleh absorpsi yang optimal adalah krim atau basis salep emulsi. Basis krim mengandung air dalam jumlah banyak, sedangkan sel hidup bersifat lembab sehingga dapat mempercepat pelepasan obat. Krim juga mudah digunakan, memberikan dispersi obat yang baik pada permukaan kulit dan mudah dicuci dengan air, karena itulah krim banyak digunakan dalam industri kosmetik (Remington, 2006).

Produk *sunblock* dipasaran sebagian besar tersedia dalam sediaan krim bentuk emulsi karena nilai efikasi serta sensasi yang ditimbulkan pada kulit. Secara komposisi dan kimia, krim dan lotion pada dasarnya sama, hanya berbeda dalam viskositasnya saja. Krim memiliki viskositas yang tinggi (>50.000 cps), sedangkan lotion viskositasnya lebih rendah dari 50.000 cps (Rieger,2000). Gliserol monostearat dan setil alkohol merupakan dua dari sekian banyak komponen basis krim. Kedua komponen ini mempengaruhi nilai efikasi, konsistensi dan stabilitas krim. Senyawa-senyawa tersebut tidak memiliki gugus kromofor dan berfungsi sebagai basis krim bersama komponen lainnya sehingga metode yang mungkin digunakan adalah kromatografi. Pada penelitian-penelitian sebelumnya , gliserol monostearat dan setil alkohol dapat dianalisis dengan metode kromatografi gas (KG), kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT) atau

kromatografi lapis tipis (KLT). Ketiga metode analisis ini menggunakan proses derivatisasi dalam bentuk esternya. Penetapan kadar dengan kromatografi gas dari gliserol monostearat dan setil alkohol memerlukan instrumentasi yang berbeda-beda yang meliputi suhu, kolom, gas pembawa, detektor dan injektor. Oleh sebab itu diperlukan suatu metode yang dapat menetapkan kadar senyawa-senyawa tersebut dengan kromatografi gas secara serempak. Kadar gliserol monostearat dan setil alkohol perlu diketahui agar dapat membuat krim menyerupai krim yang diinginkan dan dengan mutu yang sama.

## 1.2. Tujuan Penelitian

- 1.2.1. Memperoleh kondisi analisis optimum untuk penetapan kadar gliserol monostearat dan setil alkohol dalam krim *sunblock* secara kromatografi gas.
- 1.2.2. Memperoleh metode analisis yang valid untuk penetapan kadar gliserol monostearat dan setil alkohol dari kondisi analisis optimum yang diperoleh.
- 1.2.3. Memperoleh kadar gliserol monostearat dan setil alkohol dalam produk krim *sunblock* dengan menggunakan metode analisis yang telah divalidasi.

## BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 *Sunblock*

*Sunscreen* dan *sunblock* adalah zat kimia yang menyerap atau menahan sinar UV dan menunjukkan berbagai efek immunosupresif dari sinar matahari (Kaur *et al*, 2010). *Sunblock* dimaksudkan untuk menghalangi pemaparan sinar matahari secara fisik dan dapat menahan seluruh sinar matahari untuk mengurangi efek buruk sinar matahari tersebut. *Sunblock* dapat menahan UV A maupun UV B (Wasitaatmadja,1997).

### 2.2 Krim

Seperti losion, krim adalah kosmetik perawatan kulit yang umum dipakai sejak dahulu. Sejalan dengan perkembangan teknik emulsifikasi dan perubahan dalam perawatan kecantikan, terdapat berbagai macam krim yang dibuat melalui perkembangan tersebut. Selain perkembangan teknik emulsifikasi, variasi krim yang saat ini banyak ditemukan juga merupakan hasil dari perkembangan ilmu kimia permukaan, teknik produksi kosmetik tingkat tinggi, dan perkembangan baru dari perawatan kulit dan kecantikan (Mitsui, 1997).

Bahasan tentang krim dibatasi pada sediaan yang dimaksudkan untuk pemakaian luar. Krim adalah sediaan yang memiliki viskositas tertentu, biasanya dalam bentuk emulsi M/A (minyak dalam air) maupun dalam bentuk emulsi A/M (air dalam minyak). Krim digunakan untuk membentuk solusi atau disperse dari obat pada kulit untuk tujuan terapi ataupun pencegahan. Beberapa krim juga digunakan untuk emolien, penyegar atau sebagai pelembab.

Krim sangat mudah digunakan pada kulit dan rentang variasi formulasi yang lebar memungkinkan, Krim dapat dibuat untuk memberikan efek mengkilap, berminyak, lembap, dan mudah tersebar merata, mudah berpenetrasi pada kulit, dan mudah dicuci oleh air. Krim sendiri memiliki komposisi antara air, minyak, dan berbagai humektan sesuai tujuan penggunaan (kosmetik atau pembawa obat), berbagai jenis kulit, kondisi kulit, musim, usia, dan lingkungan (Lachman, 1970).

### 2.3 Basis krim *sunblock*

Pemilihan basis krim tergantung sifat obat, OTT, absorpsi: sifat kulit dan aliran darah (Glenn, 1957). Syarat-syarat basis antara lain: tidak mengiritasi, mudah dibersihkan, tidak tertinggal di kulit, stabil, tidak tergantung pada pH dan dapat bercampur dengan zat aktif. Basis yang dibuat harus memperhatikan faktor-faktor berikut: kualitas dan kuantitas bahan; cara pencampuran, kecepatan dan tipe pencampurannya; suhu pembuatan, jenis emulgator dan dengan konsentrasi yang kecil sudah dapat membentuk emulsi yang stabil dengan tipe emulsi yang dikehendaki (Remington, 2006).

Basis pada krim *sunblock* di bagi menjadi dua tipe. Produk *sunblock* dengan tipe M/A lebih mudah untuk membuatnya dan stabil, tetapi sulit untuk membuat sediaan ini tahan terhadap air karena adanya emulsifier hidrofilik. Saat emulsi tipe ini di aplikasikan pada kulit air akan menguap, meninggalkan lapisan film dari *sunscreen*, membentuk film, dan emulsifier. Jika konsentrasi emulsifier pada *sunscreen* dibiarkan terlalu tinggi, *sunscreen* akan mudah dicuci saat orang-orang tersebut berkeringat atau berenang. Oleh karena itu harus berhati-hati dalam memilih emulsifier dan pembentuk film karena dapat meminimalkan efek tersebut.

Tipe yang kedua dari emulsi adalah tipe (A/M). Tipe emulsi ini secara inheren tahan terhadap air dan dapat memberikan efisiensi *sunscreen* secara maksimum. Pada tipe emulsi ini, minyak dan komponen fase minyak akan membentuk fase eksternal. Ketika diaplikasikan pada kulit, fase kontinyu (yang mengandung *sunscreen*) membentuk film yang seragam pada kulit yang memungkinkan untuk SPF yang tinggi pada penggunaan level *sunscreen* yang rendah. Awalnya emulsi tipe ini berbasis beeswax dinetralkan dengan boraks (natrium boraks). Emulsi ini akan memberi kesan berminyak dan tidak menyenangkan. Selain itu, emulsi ini tidak stabil pada kondisi penyimpanan dengan suhu tinggi dan dalam *freezer*. Namun, saat ini sebagian besar telah diatasi dengan bahan baru sehingga menjadi lebih efisien, dan mudah untuk menggunakan emulsifier.

Bahan - bahan tersebut dapat berfungsi sebagai emulsifier dengan konsentrasi dibawah 2%. Namun seringkali perlu menambahkan elektrolit sebagai stabilisator. Penambahan poliol (2.5 – 10.0%) dapat membantu mencapai stabilitas maksimum. Untuk memperoleh kekentalan krim sesuai dengan yang diinginkan dapat menambahkan fase internal, waxes atau silika.

## 2.4 Komponen-komponen basis krim *sunblock*

### 2.4.1 Gliserol monostearat



Gambar 2.1. Struktur kimia gliserol monostearat

#### 2.4.1.1 Sifat fisikokimia

Pemerian : cairan kental, jernih, tidak berwarna, tidak berbau, rasa agak manis, higroskopis

Rumus molekul :  $C_{21}H_{42}O_4$

Kelarutan : Larut dalam etanol panas, eter, kloroform, aseton panas, minyak mineral, minyak tetap. Praktis tidak larut dalam air, tetapi dapat terdispersi dalam air dengan penambahan sedikit sabun atau surfaktan lain.

Berat molekul : 358.6

Titik leleh :  $55^{\circ} - 60^{\circ}C$

Titik didih :  $476^{\circ}C - 477^{\circ}C$

#### 2.4.1.2 Kegunaan

Gliserol monostearat banyak digunakan sebagai emulsifier nonionik, stabilizer dan emolien dalam produk makanan, farmasi dan kosmetik.

### 2.4.1.3 Metode analisis untuk gliserol monostearat

2.4.1.3.1 Analisis gliserol monostearat menggunakan kromatografi gas dengan detektor FID dengan kolom WCOT (Wall Coated Open Tubuler) 0.33 mm x 3 m. fase gerak yang digunakan gas helium dengan laju alir 1mL/menit. Suhu kolom 180°C dipertahankan selama 4 menit dengan kecepatan kenaikan suhu 32°C/menit hingga mencapai suhu 320°C. pertahankan suhu 320°C selama 8 menit. Split ratio 1:25.(Robbins & Nicholson,1987)

2.4.2.3.2 Analisis gliserol monostearat tunggal menggunakan kromatografi lapis tipis dengan lempeng silika gel. Larutkan gliserol monostearat dengan 20 ml metilen klorida. Fase gerak yang digunakan heksan:eter (3:7 v/v). biarkan lempeng mengering di udara, semprot dengan 0,1 g/L larutan rodamin B R dalam alkohol. Periksa dengan sinar ultraviolet 365 nm. (European pharmacopoeia,2005)

### 2.4.2 Setil alkohol



Gambar 2.2 Struktur kimia setil alkohol

#### 2.4.2.1 Sifat fisikokimia

Pemerian	: berupa serpihan putih licin, granul atau kubus, berbau lemah, dan berasa lemah
Rumus molekul	: C <sub>16</sub> H <sub>34</sub> O
Kelarutan	: Setil alkohol tidak larut dalam air, dapat bercampur dengan minyak dan lemak tertentu, dan kelarutannya bertambah dengan naiknya suhu minyak

Berat molekul	: 242,44
Titik leleh	: 45°-50°C
Titik didih	: 316–344°C; 344°C untuk bahan murni.

#### 2.4.2.2 Kegunaan

Setil alkohol digunakan dalam krim karena mempunyai sifat emolien, meningkatkan stabilitas dan konsistensi, memperbaiki tekstur, dan sebagai bahan pengemulsi. Bahan ini stabil dengan keberadaan asam, alkali, cahaya, dan udara. Konsentrasi yang digunakan sebagai emolien adalah 2-5% sedangkan sebagai zat pengemulsi atau peningkat konsentrasi 2-10% (Departemen Kesehatan Republik Indonesia, 1995; Wade, 1994).

#### 2.4.2.3 Metode analisis untuk setil alkohol

2.4.2.3.1 Analisis setil alkohol menggunakan kromatografi gas dengan detektor FID, kolom 3 mm x 2 m yang dikemas dengan 10% fase cair gom dimetilpolisiloksan. fase gerak yang digunakan gas helium. Suhu kolom 205°C. Suhu injektor 275°C. Suhu detektor 250°C. (United states pharmacopeial convention, 2007)

2.4.2.3.2 Analisis setil alkohol menggunakan kromatografi cair kinerja tinggi dengan detektor fluoresensi. Diderivatisasi dengan 2-(4-karboksifenil)-5,6-dimetilbenzimidazol. Metanolpropan-2-ol (85:15 v/v) sebagai fase gerak. (Katayama, Masuda dan Taniguchi, 1991)

2.4.2.3.3 Analisis setil alkohol dalam campuran menggunakan kromatografi lapis tipis dengan dekalin sebagai fase gerak dan aquabidest sebagai fase diam. Sebanyak 20 µL ditotolkan pada lempeng dengan jarak totalan 2 cm. (Kowalska, 1986)

## 2.5 Kromatografi Gas

Kromatografi adalah teknik pemisahan suatu campuran menjadi komponen-komponennya yang didasarkan atas perbedaan distribusi dari komponen campuran tersebut diantar dua fase, yaitu fase diam dan fase gerak. Terjadinya pemisahan komponen-komponen dalam campuran tersebut disebabkan karena adanya perbedaan afinitas komponen-komponen tersebut terhadap fase diam dan fase gerak yang berada dalam kesetimbangan yang dinamis. (Departemen Kesehatan Republik Indonesia, 1995)

Kromatografi gas adalah suatu metode analisis senyawa yang bersifat atsiri dengan melewati gas yang bertindak sebagai fase gerak melalui fase diam yang berupa padatan atau cairan. Bila fase diamnya adalah padatan, maka disebut kromatografi gas-padat dan bila fase diamnya adalah cairan maka disebut kromatografi gas-cair. Kromatografi gas dapat digunakan untuk analisa senyawa yang sukar menguap setelah dilakukan reaksi derivatisasi dengan cara mengubah atau memodifikasi struktur molekulnya (McNair & Bondli, 1997).

Kromatografi gas dapat dianggap sebagai suatu bentuk kromatografi kolom dimana fase bergerak adalah gas yang disebut gas pembawa. Fase diam dapat berupa zat penjerap aktif atau dapat berupa cairan yang dilapiskan sebagai lapisan tipis pada zat padat penyangga inert yang halus atau bahan lain yang cocok. (Departemen Kesehatan Republik Indonesia, 1979).

Pada kromatografi gas-padat (KGP), pemisahan yang terjadi didasarkan pada sifat penjerapan komponen-komponen pada fase diam padat. Fase diam padat yang biasanya digunakan adalah berupa zat penjerap yang aktif seperti alumina, silika gel, atau karbon. Kromatografi gas-padat memiliki aplikasi yang terbatas karena retensi yang semi permanen dari olekul-molekul polar dan puncak elusi yang sangat berekor merupakan konsekuensi dari proses penjerapan yang bersifat nonlinier. Oleh karena itu teknik ini jarang digunakan kecuali untuk pemisahan senyawa-senyawa gas tertentu yang berbobot molekul rendah (Departemen Kesehatan Republik Indonesia, 1995; McNair & Bondli, 1997).

Pada kromatografi gas-cair (KGC), pemisahan terjadi berdasarkan pada partisi komponen-komponen sampel yang masuk ke dan keluar dari lapisan zat cair. Banyaknya macam fase cair yang dapat digunakan sampai suhu 400°C mengakibatkan kromatografi gas-cair merupakan bentuk kromatografi yang paling serba guna dan selektif. Kromatografi gas-cair dapat digunakan untuk menganalisis gas, zat padat dan zat cair. Fase cair yang digunakan berupa lapisan tipis zat cair pada zat padat yang inert. Satu-satunya pembatas pada pemilihan cairan yang digunakan ialah bahwa zat cair itu harus stabil dan tidak atsiri pada kondisi kromatografi. Besarnya faktor kapasitas dan waktu tahanannya zat dalam suatu kolom kromatografi gas-cair tergantung dari zat terlarut spesifik, fase cair spesifik, jumlah fase cair, suhu dan laju aliran gas (Departemen Kesehatan Republik Indonesia, 1995; McNair & Bondli, 1997).

Kromatografi gas dapat digunakan untuk analisa kualitatif dan kuantitatif. Untuk analisa kualitatif dilakukan dengan cara membandingkan waktu retensi dari komponen yang kita analisa dengan waktu retensi zat baku pada kondisi analisa yang sama. Untuk analisa kuantitatif dilakukan dengan cara perhitungan relative dari tinggi atau luas puncak kromatogram komponen yang dianalisa terhadap zat baku pembanding yang di analisa terhadap total luas puncak jika tidak digunakan metode baku luar ataupun baku dalam. (McNair & Bondli, 1997)

Pemisahan yang terjadi pada analisis dengan kromatografi gas dipengaruhi oleh efisiensi kolom dan efisiensi pelarut. Efisiensi kolom menentukan pelebaran puncak kromatogram. Efisiensi kolom dapat diukur dengan menghitung jumlah lempeng teoritis. *High equivalent theoretical plate (HETP)* adalah panjang kolom yang diperlukan untuk mencapai kesetimbangan komponen cuplikan diantara fase gerak yang bergerak dan fase cair yang diam. Makin banyak jumlah lempeng teoritis, makin kecil HETP, maka efisiensi kolom meningkat dan pemisahan yang terjadi akan semakin baik. Efisiensi pelarut diukur dengan menghitung retensi relatif ( $\alpha$ ). Retensi relatif adalah ratio waktu retensi yang disesuaikan dengan ratio koefisien partisi. Kelebihan pemisahan suatu campuran dengan kromatografi gas adalah bahwa senyawa yang mempunyai titik didih yang sama dapat dipisahkan

secara mudah dengan memilih fase diam yang sesuai. (Jennings, Mittlefehld dan Philip, 1987)

Keuntungan dari kromatografi gas yaitu :

- a. Kecepatan seluruh analisis dapat diselesaikan dalam waktu singkat. Penggunaan gas sebagai fase gerak mempunyai keuntungan, yaitu tercapainya kesetimbangan antara fase gerak dan fase diam, dan dapat digunakan kecepatan gas pembawa yang tinggi.
- b. Daya pisah misalnya puncak C18, C18:1, dan C18:2 yang menyatakan ester metil asam stearat, oleat, dan linoleat. Pemisahan ketiga senyawa ini dengan cara lain sangat sukar atau tidak mungkin, perbedaan titik didihnya kecil sekali, hanya dalam derajat ketidakjenuhan. Tetapi dengan menggunakan fase cair yang selektif, KGC dapat memisahkan ketiganya, suatu hal yang tidak mungkin dilakukan dengan cara penyulingan atau cara lain.
- c. Analisis kualitatif waktu retensi adalah waktu sejak penyuntikan sampai maksimum puncak. Sifat ini merupakan ciri khas cuplikan dan fase cair pada suhu tertentu. Waktu retensi ini tidak terpengaruh oleh adanya komponen lain dan dapat digunakan untuk mengidentifikasi puncak yang terbentuk.
- d. Analisis kuantitatif luas tiap puncak yang terbentuk berbanding lurus dengan konsentrasi puncak tersebut. Ini dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi yang tepat dari setiap komponen.
- e. Kepekaan alasan utama mengapa penggunaan kromatografi gas pada analisis begitu meluas adalah karena kepekaannya. Bentuk sel penghantar panas yang paling sederhana dapat mendeteksi sampai 0,01% (100 bpj = bagian per juta). Detektor pengionan nyala dapat mendeteksi dengan mudah bagian per juta. Detektor tangkap elektron dan detektor fosfor dapat mengukur pada skala pikogram (10<sup>-12</sup> gram). Keuntungan tambahan dari kepekaan yang tinggi ini adalah cuplikan yang diperlukan sedikit sekali. Beberapa mikroliter saja sudah cukup untuk analisis lengkap.
- f. Kesederhanaan penafsiran data yang diperoleh biasanya cepat dan langsung, serta mudah. Bila dibandingkan dengan data yang diperoleh, harga instrumentasi ini termasuk murah (McNair & Bonelli, 1988)

Pemisahan yang sebenarnya dari dua puncak yang berurutan diukur dengan resolusi atau daya pisah. Resolusi merupakan suatu ukuran keefisienan kolom dan pelarut yang dapat menerangkan sempitnya puncak dan juga pemisahan antara dua maksimum puncak. Resolusi didefinisikan sebagai jarak antara dua puncak di bagi dengan jumlah lebar masing-masing puncak dengan diukur dari alas puncak. Bila nilai resolusi adalah 1 maka kesempurnaan pemisahan dua puncak adalah sebesar 98% dan bila resolusi bernilai 1,5 maka kesempurnaan pemisahan dua puncak adalah 99,7%. (Brightwell, 1986)

### 2.5.1 Instrumentasi

Bagian-bagian utama dari sebuah kromatografi gas yaitu silinder dengan gas pembawa (*carrier gas*), pengukur tekanan dan pengontrol *flow rate*, tempat injeksi sampel (*injection port*), kolom, detektor dan amplifier, rekorder/perekam, dan oven dengan termostat untuk tempat injeksi (gerbang suntik), kolom, dan detektor (Harmita, 2006).

### 2.5.2 Sistem kromatografi

#### 2.5.2.1 Gas pembawa

Tangki gas bertekanan tinggi berlaku sebagai sumber gas pembawa. Suatu pengatur tekanan digunakan untuk menjamin tekanan yang seragam pada pemasok kolom sehingga diperoleh laju aliran gas yang tetap. Gas yang biasa dipakai adalah hidrogen, helium, dan nitrogen. Gas pembawa harus memiliki sifat: inert, untuk mencegah interaksi dengan cuplikan atau pelarut (fase diam), dapat meminimumkan difusi gas, mudah didapat, dan murni, murah serta cocok untuk detektor yang digunakan (McNair & Bonelli, 1988).

#### 2.5.2.2 Pemasukan cuplikan

Cuplikan zat cair biasanya dimasukkan dengan semprit. Untuk cuplikan berbetnuk zat padat, cara yang biasa digunakan adalah dengan melarutkannya dalam suatu pelarut yang tidak mengganggu cuplikan yang dianalisis. Suatu cara baku untuk memasukkan gas dan zat cair adalah dengan memasukkan jarum suntik melalui septum yang dapat menutup kembali sendiri dan menyuntikkan sejumlah volum terukur dari semprit (Mc Nair & Bonelli, 1988).

### 2.5.2.3 Kolom

Pipa kolom dapat terbuat dari tembaga, baja nirkarat, aluminium, dan kaca yang berbentuk lurus, lengkung, atau melingkar. Pada umumnya digunakan baja nirkarat, yang dikemas dalam bentuk lurus agar kemasan seragam, kemudian dilingkarkan agar dapat dipasang dalam ruang kolom yang terbatas. Kolom lurus lebih efisien, tetapi dapat menjadi tidak praktis, terutama bila alat bekerja pada suhu tinggi (McNair & Bonelli, 1988). Kolom pada kromatografi gas dikelompokkan menjadi dua kelompok utama, yaitu kolom yang terkemas (*packed column*) dan kolom kapiler (*capillary column*). Kolom yang terkemas (*packed column*) mempunyai panjang antara 1-10 meter dengan diameter dalam antara 3-10 mm atau sampai lebih dari 10 cm bagi kolom preparative. Kolom kapiler (*capillary column*) panjangnya dapat mencapai 10-50 meter dengan diameter dalam sangat kecil, yaitu 0,2-1,2 mm (Harmita, 2006).

Berdasarkan mekanisme pembuatannya kolom kapiler dibagi menjadi tiga jenis, yaitu :

- a. Kolom WCOT (*Wall Coated Open Tubular*) adalah jenis kolom kapiler yang fase diamnya terikat pada permukaan bagian dalam kolom kapiler.
- b. Kolom SCOT (*Support Coated Open Tubular Column*) adalah jenis kolom kapiler yang cairan fase diamnya masih ditambah partikel pendukung padat seperti tanah diatom atau partikel silica yang telah disilinisasi.
- c. Kolom FSOT (*Fused Silica Open Tubular*) adalah jenis kolom kapiler yang fase diamnya terikat secara kimia dengan permukaan bagian dalam kolom kapiler sedangkan bagian luar dilapisi resin poliimida (Harmita, 2006).

### 2.5.2.4 Fase Diam

Pemilihan fase diam yang tepat mungkin merupakan parameter terpenting pada KGC. Secara ideal fase diam tersebut harus mempunyai ciri sebagai berikut :

- a. Cuplikan harus menunjukkan koefisien distribusi yang berbeda pada fase diam,

- b. Cuplikan harus mempunyai kelarutan yang berarti dalam fase diam,
- c. Fase diam harus mempunyai tekanan uap yang dapat diabaikan pada suhu kerja (McNair & Bonelli, 1988).

#### 2.5.2.5 Suhu

Dalam sistem kromatografi diperlukan sekali untuk memiliki tiga pengendali suhu yang berlainan.

##### a. Suhu gerbang suntik

Gerbang suntik harus cukup panas untuk menguapkan cuplikan sedemikian cepat sehingga tidak menghilangkan keefisienan yang disebabkan oleh cara penyuntikan. Sebaliknya, suhu gerbang suntik harus cukup rendah untuk mencegah peruraian akibat panas.

##### b. Suhu kolom

Suhu kolom harus cukup tinggi sehingga analisis dapat diselesaikan dalam waktu yang layak, dan harus cukup rendah sehingga pemisahan yang dikehendaki tercapai. Menurut pendekatan sederhana yang dilakukan oleh Giddings, waktu retensi naik dua kali lipat tiap penurunan suhu kolom  $30^{\circ}\text{C}$ .

Untuk kebanyakan cuplikan, semakin rendah suhu kolom, semakin tinggi koefisien partisi dalam fase diam sehingga hasil pemisahan semakin baik. Pada beberapa kasus tidak dapat digunakan suhu rendah, terutama bila cuplikan terdiri atas senyawa yang rentangan titik didihnya lebar. Untuk itu suhu perlu diprogram.

##### c. Suhu detektor

Pengaruh suhu pada detektor sangat bergantung pada jenis detektor yang digunakan. Tetapi, sebagai patokan umum dapat dikatakan bahwa detektor dan sambungan antara kolom dan detektor harus cukup panas sehingga cuplikan dan/atau fase diam tidak mengembun. Pelebaran puncak dan hilangnya puncak komponen merupakan ciri khas terjadinya pengembunan (McNair & Bonelli, 1988).

### 2.5.2.6 Detektor

Dalam kromatografi gas dikenal beberapa macam detektor yang lazim digunakan dan setiap detektor mempunyai karakteristik dalam selektivitas, linearitas, sensitivitas atau kemampuan mendeteksi pada jumlah terkecil (*limit detection*).

- a. Detektor daya hantar panas (*Thermal Conductivity Detector/TCD*) bersifat non destruktif, tidak selektif (bersifat umum), batas linearitas  $10^4$  dan jumlah terkecil yang masih dapat terdeteksi sampai  $10^{-5}$  g/mL.
- b. Detektor ionisasi nyala (*Flame Ionization Detector/FID*) bersifat destruktif, dapat mendeteksi semua senyawa organik, batas linearitas  $10^7$  dan batas terkecil pendeteksian  $2 \times 10^{-11}$  g/mL.
- c. Detektor fotometrik nyala (*Flame Photometric Detector/FPD*) bersifat destruktif, selektif terhadap senyawa sulfur dan fosfor organik, batas linearitas  $10^3$  dan batas terkecil pendeteksian  $2 \times 10^{-12}$  g/mL.
- d. Detektor termionik nyala (*Flame Thermal Detector/FTD*) bersifat destruktif, selektif terhadap senyawa nitrogen dan fosfor organik, batas linearitas  $10^3$  dan batas terkecil pendeteksian  $2 \times 10^{-10}$  g/mL.
- e. Detektor penangkap elektron (*Electrolytic Conductivity Detector/ECD*) bersifat destruktif, selektif terhadap senyawa dengan sifat elektronegatif seperti halogen organik, batas linearitas  $5 \times 10^2$  dan batas terkecil pendeteksian  $2 \times 10^{-13}$  g/mL (Harmita, 2006).

### 2.5.2.7 Rekorder/Perekam

Pada kebanyakan peralatan kromatografi yang telah menggunakan teknologi maju, peran pengolahan data dilakukan oleh suatu alat pengolah data atau komputer. Informasi yang diperoleh dapat dimanfaatkan dalam analisis kualitatif biasanya dilakukan dengan membandingkan waktu retensi contoh zat baku pada kondisi analisis yang sama. Sedangkan untuk analisis kuantitatif biasanya dilakukan dengan perhitungan relatif dari tinggi atau luas puncak

kromatogram contoh terhadap zat baku melalui metode baku luar atau baku dalam (Harmita, 2006).

### 2.5.3 Validasi Metode Analisis (Harmita, 2006)

Validasi metode analisis adalah suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya.

#### 2.5.3.1 Kecermatan (*accuracy*)

Kecermatan adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Kecermatan dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan. Kecermatan ditentukan dengan dua cara yaitu metode simulasi (*spiked-placebo recovery*) atau metode penambahan baku (*standard addition method*). Dalam metode simulasi, sejumlah analit bahan murni ditambahkan ke dalam campuran bahan pembawa sediaan farmasi (*placebo*) lalu campuran tersebut dianalisis dan hasilnya dibandingkan dengan kadar analit yang ditambahkan (kadar yang sebenarnya). Dalam metode penambahan baku, sampel dianalisis lalu sejumlah tertentu analit yang diperiksa ditambahkan ke dalam sampel dicampur dan dianalisis lagi. Selisih kedua hasil dibandingkan dengan kadar yang sebenarnya (hasil yang diharapkan). Dalam kedua metode tersebut, persen perolehan kembali dinyatakan sebagai rasio antara hasil yang diperoleh dengan hasil yang sebenarnya. Persen perolehan kembali dapat ditentukan dengan cara membuat sampel placebo (ekspien obat, cairan biologis) kemudian ditambah analit dengan konsentrasi tertentu (biasanya 80% sampai 120% dari kadar analit yang diperkirakan), kemudian dianalisis dengan metode yang akan divalidasi.

#### 2.5.3.2 Keseksamaan (*precision*)

Keseksamaan adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen.

Keseksamaan diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien variasi). Kriteria seksama diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif atau koefisien variasi 2% atau kurang. Percobaan keseksamaan dilakukan terhadap paling sedikit enam replika sampel yang diambil dari campuran sampel dengan matriks yang homogen.

### 2.5.3.3 Selektivitas (spesifisitas)

Selektivitas atau spesifisitas suatu metode adalah kemampuannya yang hanya mengukur zat tertentu saja secara cermat dan seksama dengan adanya komponen lain yang mungkin ada dalam matriks sampel. Selektivitas seringkali dapat dinyatakan sebagai derajat penyimpangan (*degree of bias*) metode yang dilakukan terhadap sampel yang mengandung bahan yang ditambahkan berupa cemar, hasil urai, senyawa sejenis, senyawa asing lainnya, dan dibandingkan terhadap hasil analisis sampel yang tidak mengandung bahan lain yang ditambahkan.

### 2.5.3.4 Linearitas dan rentang

Linearitas adalah kemampuan metoda analisis yang memberikan respon yang secara langsung atau dengan bantuan transformasi matematik yang baik, proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Rentang metode adalah pernyataan batas terendah dan tertinggi analit yang sudah ditunjukkan dapat ditetapkan dengan kecermatan, keseksamaan dan linearitas yang dapat diterima.

Sebagai parameter adanya hubungan linier digunakan koefisien korelasi  $r$  pada analisis regresi linier  $Y = a + bX$ . Hubungan linier yang ideal dicapai jika nilai  $b = 0$  dan  $r = +1$  atau  $-1$  bergantung pada arah garis. Sedangkan nilai  $a$  menunjukkan kepekaan analisis terutama instrumen yang digunakan. Parameter lain yang harus dihitung yaitu simpangan baku residual ( $S_y$ ), sehingga nantinya akan diperoleh standar deviasi fungsi regresi ( $S_{X_0}$ ) dan koefisien variasi fungsi regresi ( $V_{X_0}$ ).

Syarat-syarat dari kelinearan garis yaitu :

1. Koefisien korelasi ( $r \geq 0,9990$ )

2. Jumlah kuadrat sisa masing-masing titik temu ( $r_i$ ) mendekati nol (0),  $(r_i)^2$  sekecil mungkin  $\approx 0$ .  $r_i$  diperoleh dari :  $r_i = y_i - (bx_i + a)$
3. Koefisien fungsi regresi ( $V_{x_0}$ )  $\leq 2,0\%$  untuk sediaan farmasi dan  $\geq 5,0\%$  untuk sediaan biologi.
4. Kepekaan analisis ( $\Delta y/\Delta x$ )

$$\Delta y/\Delta x = \frac{y_2 - y_1}{x_2 - x_1} \approx \frac{y_3 - y_2}{x_3 - x_2} \approx \dots \approx \frac{y_n - y_{n-1}}{x_n - x_{n-1}}$$

#### 2.5.3.5 Batas deteksi dan batas kuantitasi

Batas deteksi adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blanko. Batas deteksi merupakan parameter uji batas. Batas kuantitasi merupakan parameter pada analisis renik dan diartikan sebagai kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama.

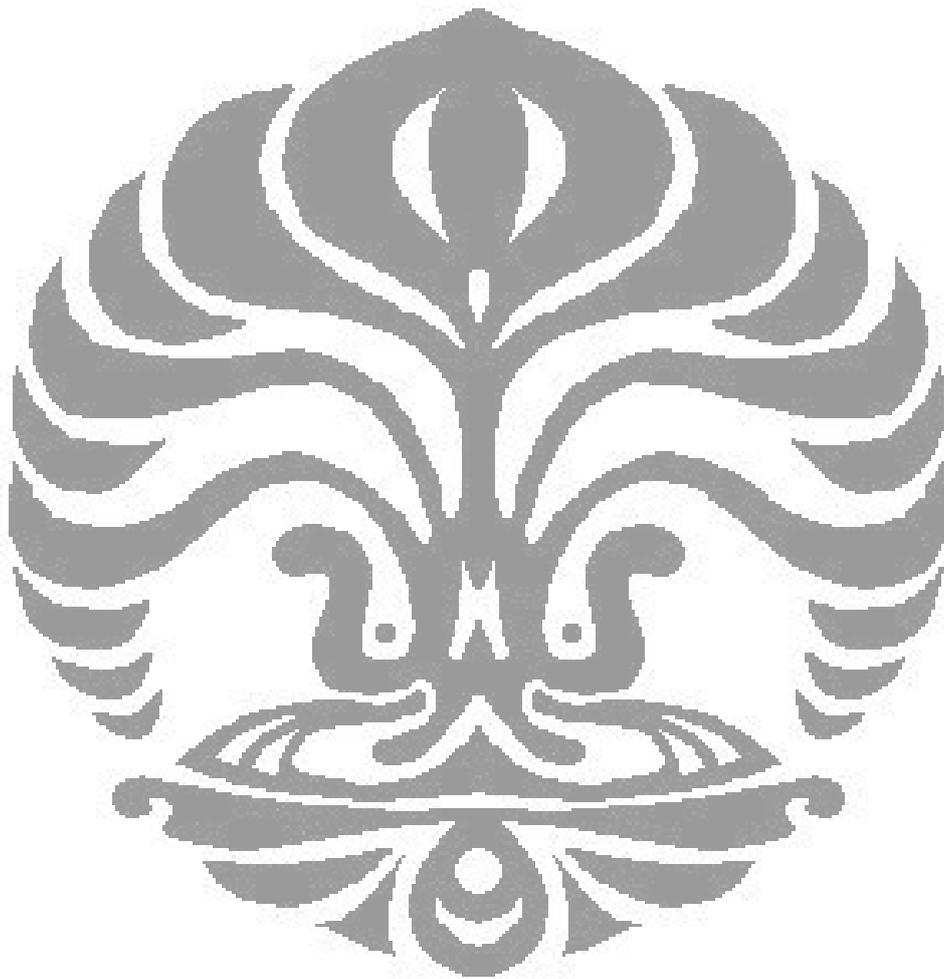
Batas deteksi dan kuantitasi dapat dihitung secara statistik melalui garis regresi linier dari kurva kalibrasi. Nilai pengukuran akan sama dengan nilai b pada persamaan garis linier  $y = a + bx$ , sedangkan simpangan baku blanko sama dengan simpangan baku residual ( $Sy/x$ ).

#### 2.5.3.6 Ketangguhan metode (*ruggedness*)

Ketangguhan metode adalah derajat ketertiruan hasil uji yang diperoleh dari analisis sampel yang sama dalam berbagai kondisi uji normal, seperti laboratorium, analisis, instrumen, bahan pereaksi, suhu, hari yang berbeda, dan lain-lain. Ketangguhan biasanya dinyatakan sebagai tidak adanya pengaruh perbedaan operasi atau lingkungan kerja pada hasil uji. Ketangguhan metode merupakan ukuran ketertiruan pada kondisi operasi normal antara laboratorium dan antar analisis.

### 2.5.3.7 Kekuatan (*robustness*)

Untuk memvalidasi kekuatan suatu metode perlu dibuat perubahan metodologi yang kecil dan terus menerus dan mengevaluasi respon analitik dan efek pada presisi dan akurasi.



## BAB 3

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Kromatografi gas Shimadzu model GC 17A yang dilengkapi detektor ionisasi nyala, kolom kapiler dengan panjang 60 meter, diameter dalam 0,32 mm, *film thickness* 0,25  $\mu\text{m}$  dengan fase diam VB-wax, gas pembawa helium
2. Pemroses data *Class GC Solution*
3. Integrator CBM 102
4. *Microsyringe* berukuran 10  $\mu\text{L}$  dengan ujung lancip
5. Neraca analitik, alat penguap dengan gas nitrogen, tabung reaksi tahan panas bertutup teflon, vortex, oven, sentrifugator dan alat-alat gelas yang umum digunakan dalam analisa kuantitatif

#### 3.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Standard Gliserol monostearat (Cognis)
2. Standard Setil alkohol (Cognis)
3. n-Heksan p.a (Merck)
4. Methanol (Merck)
5. Toluena (Merck)
6. Asetil klorida
7.  $\text{K}_2\text{CO}_3$  (Merck)
8. Sampel *sunblock* ( TBS)

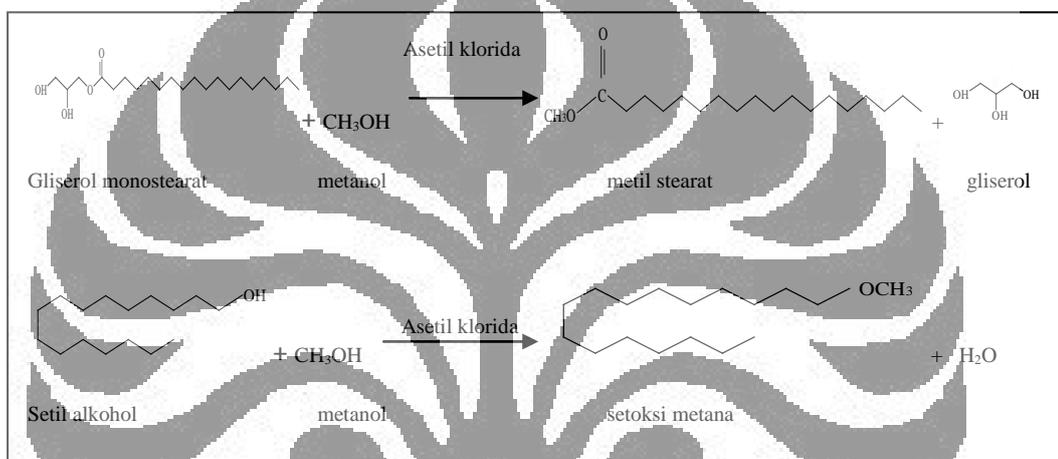
#### 3.3 Cara kerja

##### 3.3.1 Mencari kondisi analisis

##### 3.3.1.1 Esterifikasi metode Lepage

Ditimbang seksama kurang lebih 100 mg standar masing-masing asam lemak dimasukkan ke dalam labu ukur 5 ml dan dilarutkan dengan heksan sampai batas, diperoleh larutan standar dengan konsentrasi 20.000 ppm. Dari

larutan di atas dipipet 0,4 ml ke dalam tabung reaksi bertutup teflon, kemudian dikeringkan dengan gas  $N_2$ . Selanjutnya dilakukan esterifikasi dengan metanol sehingga diperoleh asam-asam lemak termetilasi. Larutan yang telah dikeringkan dengan gas  $N_2$  ditambahkan 2 ml metanol-toluen (4:1 v/v), vortex. Kemudian tambahkan 0,2 ml asetil klorida perlahan-lahan ke dalam tabung reaksi sambil divortex. Tabung ditutup rapat kemudian dipanaskan dalam oven ( $100^\circ C$ ) selama 1 jam, dinginkan tabung dalam air, tambahkan 5 ml  $K_2CO_3$  6% perlahan-lahan, vortex. Tabung ditutup rapat lalu disentrifus 3000 rpm selama 5 menit. Sebanyak 1,0  $\mu l$  lapisan atas toluen siap disuntikkan ke dalam alat kromatografi gas.



### 3.1.1.2 Kondisi kromatografi gas

Alat : kromatografi gas Shimadzu model GC 17A yang dilengkapi detektor ionisasi nyala

Kolom : kolom kapiler VB wax

Panjang kolom : 60 meter

Diameter dalam kolom : 0,32 mm

Suhu kolom :  $170^\circ C - 220^\circ C$  dengan kenaikan suhu  $2^\circ C$ /menit

Suhu injektor/detektor :  $230^\circ C/250^\circ C$

Kecepatan alir gas Helium : 0,8 ; 1.0 ; 1.2 ml/menit

### 3.3.2 Basis krim

#### 3.3.2.1 Komponen basis krim

Komponen basis yang akan dianalisis adalah gliserol monostearat dan setil alkohol. Masing-masing senyawa ditimbang sebanyak 100.0 mg dimasukkan ke dalam labu ukur 5,0 ml, tambahkan n-heksan sedikit demi sedikit hingga seluruhnya larut. Cukupkan volumenya hingga diperoleh larutan 20.000 ppm. Larutan tersebut masing-masing di esterifikasi dengan metode Lepage hingga didapatkan larutan asam lemak termetilasi. Masing-masing senyawa tersebut disuntikkan ke kromatografi gas dan dicatat waktu retensinya.

#### 3.3.2.2 Penyiapan komponen basis krim

Timbang gliserol monostearat lebih kurang 100 mg dan setil alkohol lebih kurang 100 mg. Masukkan masing-masing senyawa ke labu ukur 5,0 ml, tambahkan n-heksan sedikit demi sedikit hingga seluruhnya larut. Cukupkan volumenya hingga batas. Pipet masing-masing senyawa sebanyak 1,0 ml. Esterifikasi dengan metode Lepage.

#### 3.3.2.3 Pemilihan metode analisis basis krim

Suntikkan larutan diatas sebanyak 1,0  $\mu\text{L}$  ke alat kromatografi gas, catat semua waktu retensinya.

### 3.3.3 Validasi metode analisis

#### 3.3.3.1 Pembuatan kurva kalibrasi dan uji linearitas

Larutan campuran gliserol monostearat dan setil alkohol termetilasi dengan konsentrasi 8000, 10000, 12000, 14000, 16000, dan 18000 ppm disuntik sebanyak 1,0  $\mu\text{L}$  ke dalam ruang suntik kemudian dilakukan elusi dengan kondisi analisis terpilih. Luas puncak masing-masing komponen basis krim diperoleh dan dicatat kemudian dibuat persamaan garis yang terjadi dari hubungan konsentrasi dengan luas puncak.

### 3.3.3.2 Penentuan batas deteksi (LOD) dan batas kuantisasi (LOQ)

Batas deteksi dan batas kuantisasi ditentukan dengan metode perhitungan statistik, melalui persamaan regresi linier berdasarkan kurva kalibrasi standar yang telah dibuat sebelumnya.

### 3.3.3.3 Uji Presisi

Digunakan larutan standar 8000, 14000, dan 18000 ppm. Sebanyak 1,0  $\mu\text{L}$  larutan dari masing-masing konsentrasi tersebut disuntikkan pada kromatografi gas dan dianalisis dengan menggunakan kondisi analisis optimum terpilih dan diulang sebanyak enam kali pengukuran dan kemudian dihitung nilai simpangan baku relatif atau koefisien variasinya (KV). Kriteria seksama diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif atau koefisien variasi (KV) 2% atau kurang.

### 3.3.3.4 Uji Perolehan Kembali (UPK)

Dilakukan uji perolehan kembali dengan metode simulasi. Pada metode ini di buat placebo sampel yang mengandung sejumlah standar gliserol monostearat dan setil alkohol yang telah di ketahui kadarnya. Sebanyak 1,0  $\mu\text{L}$  dari larutan disuntikkan pada alat kromatografi gas dengan kondisi analisis optimum terpilih. Luas puncak gliserol monostearat dan setil alkohol dicatat, kemudian dihitung persentase uji perolehan kembali gliserol monostearat dan setil alkohol.

### 3.3.4 Uji Kualitatif dan Kuantitatif Sampel *sunblock*

Sampel *sunblock* yang dianalisis adalah sampel yang ada dipasaran dengan komposisi gliserol monostearat 3,2 % dan setil alkohol 3,5 %. Sampel diberi kode TBS. Sampel tersebut ditimbang kurang lebih 1g, kemudian dilarutkan dalam heksan pada labu ukur 10.0 ml dan dicukupkan volumenya dengan heksan hingga batas. Larutan tersebut diesterifikasi dengan metode Lepage. larutan dipipet 0,4 ml ke dalam tabung reaksi bertutup teflon, kemudian dikeringkan dengan gas  $\text{N}_2$ . Larutan yang telah dikeringkan dengan gas  $\text{N}_2$  ditambahkan 2 ml metanol-toluen (4:1 v/v), vortex. Kemudian tambahkan 0,2 ml asetil klorida perlahan-lahan ke dalam tabung reaksi sambil divortex. Tabung ditutup rapat kemudian dipanaskan dalam oven ( $100^\circ\text{C}$ ) selama 1 jam, dinginkan tabung dalam air, tambahkan 5 ml

$K_2CO_3$  6% perlahan-lahan, vortex. Tabung ditutup rapat lalu disentrifus 3000 rpm selama 5 menit. Sebanyak 1,0  $\mu$ l lapisan atas toluen siap disuntikkan ke dalam alat kromatografi gas dengan kondisi analisis terpilih. Luas puncak gliserol monostearat dan setil alkohol dicatat kemudian dihitung persen kadar komponen penyusun basis krim pada *sunblock*.

#### **3.3.4.1 Analisis kualitatif**

Sebanyak 1,0  $\mu$ L larutan sampel *sunblock* TBS dilakukan elusi dengan menggunakan kondisi analisis terpilih. Waktu retensi sampel dicatat dan dibandingkan terhadap waktu retensi standar

#### **3.3.4.2 Analisis kuantitatif**

Sebanyak 1,0  $\mu$ L larutan sampel *sunblock* TBS dilakukan elusi dengan menggunakan kondisi analisis terpilih. Luas puncak dicatat dan dihitung kadarnya berdasarkan persamaan kurva kalibrasi yang telah diperoleh.



## BAB 4

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Pencarian kondisi analisis optimum

Kondisi analisis yang diadaptasi dari jurnal dioptimasi kembali karena kolom yang digunakan berbeda. Perbedaan kolom dapat mengakibatkan kondisi analisis berubah. Oleh karena itu dilakukan pencarian kondisi analisis optimum untuk mendapatkan kondisi analisis yang memiliki ketepatan dan ketelitian yang baik untuk identifikasi dan penetapan kadar gliserol monostearat dan setil alkohol dalam *sunblock* sesuai dengan kolom yang digunakan. Parameter yang digunakan untuk memilih kondisi analisis optimum adalah jumlah pelat teoritis (N), tinggi setara pelat teoritis (*High Equivalent Theoretical / HETP*), dan waktu retensi (tR). Parameter tersebut merupakan parameter untuk efisiensi kolom dimana bila suatu metode memiliki nilai efisiensi kolom yang tinggi maka pemisahan yang terjadi juga akan baik. Suatu metode memiliki efisiensi kolom yang baik bila nilai N tinggi, HETP kecil, dan waktu retensi yang singkat.

Parameter yang divariasikan pada proses optimasi ini adalah suhu kolom dan laju alir gas. Variasi suhu kolom yaitu 150°C, 160°C, dan 170°C. Pertimbangan tersebut disesuaikan dengan titik didih senyawa yang akan dianalisis dan fase diam yang digunakan yaitu VB-Wax yang memiliki suhu minimum 10°C-30°C dan suhu maksimum 225°C. Jika suhu kolom di bawah suhu minimum maka fase diam yang digunakan akan memadat sedangkan jika suhu terlalu tinggi maka fase diam akan terurai perlahan-lahan.

Setelah didapatkan suhu optimum, selanjutnya memvariasikan laju alir gas pembawa yaitu 0,8 ml/menit, 1,0 ml/menit dan 1,2 ml/menit. Pertimbangan variasi laju alir gas pembawa adalah diameter kolom yang digunakan. Pada penelitian ini kolom yang digunakan adalah kolom kapiler dengan diameter kecil sehingga laju alir yang digunakan memiliki rentang antara 0,2-2 ml/menit. Penetapan suhu injektor harus diatur lebih tinggi daripada suhu kolom maksimum sehingga seluruh sampel dapat menguap segera setelah sampel disuntikkan. Suhu detektor biasanya 15°-30°C lebih tinggi dari titik didih senyawa yang dianalisis

dan disesuaikan dengan detektor yang digunakan. Untuk detektor ionisasi nyala, suhu detektor harus di atas  $100^{\circ}\text{C}$  bertujuan untuk mencegah terjadinya kondensasi uap air sehingga mengakibatkan pengkaratan pada detektor ionisasi nyala atau penghilangan (penurunan) sensitivitasnya (Gandjar & Rohman, 2007).

Pada percobaan dengan memvariasikan suhu kolom dan laju alir gas dapat terlihat bahwa semakin tinggi suhu kolom dan laju alir gas maka waktu retensi gliserol monostearat dan setil alkohol semakin cepat. Hal itu dapat dilihat dengan semakin cepat gliserol monostearat dan setil alkohol keluar pada kromatogram. Hal ini sesuai dengan teori yang menyatakan pada tekanan tetap, laju alir gas meningkat dengan meningkatnya suhu. Semakin tinggi suhu kolom maka komponen sampel akan lebih cepat menguap dan terbawa oleh gas pembawa sehingga waktu kontak dengan sampel dengan fase diam menjadi lebih singkat.

Dari hasil percobaan dengan menggunakan variasi suhu awal kolom dan laju alir gas pembawa didapatkan bahwa kondisi yang memberikan nilai N paling besar dan nilai HETP paling kecil adalah metode elusi dengan suhu awal kolom  $170^{\circ}\text{C}$  dan laju alir gas pembawa 1,2 ml/menit. Waktu retensi untuk gliserol monostearat dan setil alkohol masing-masing pada menit ke 6,107 dan ke 7,814. Jadi, dapat disimpulkan kondisi analisis optimum untuk penetapan kadar gliserol monostearat dan setil alkohol adalah elusi dengan suhu terprogram pada suhu awal kolom  $170^{\circ}\text{C}$ . Laju alir gas yang digunakan untuk menghasilkan kondisi analisis optimum adalah 1,2 ml/menit. Suhu injektor dan detektor diatur pada suhu  $230^{\circ}\text{C}$  dan  $250^{\circ}\text{C}$ . Data selengkapnya dapat dilihat pada gambar 4.1; 4.2 dan 4.3; tabel 4.1; 4.2.

#### **4.2 Pembuatan kurva kalibrasi dan uji linearitas**

Pembuatan kurva kalibrasi bertujuan untuk kepentingan analisis secara kuantitatif, yaitu untuk menghitung kadar zat yang terkandung dalam sampel. Kurva kalibrasi dibuat dengan menghubungkan area yang dihasilkan oleh sedikitnya lima konsentrasi analit berbeda. Rentang konsentrasi yang dibuat dipertimbangkan dengan matang agar hasil pengukuran area sampel dapat berada

pada rentang konsentrasi tersebut sehingga hasil pengukuran yang diperoleh lebih akurat.

Pembuatan kurva kalibrasi gliserol monostearat dan setil alkohol dilakukan dengan menghubungkan enam titik pada berbagai konsentrasi gliserin monostearat dan setil alkohol termetilasi yaitu 8040; 10050; 12060; 14070; 16080 dan 18090 ppm. Persamaan regresi linier dari kurva kalibrasi gliserol monostearat  $y = 2,883695807x - 15157,48571$  dengan koefisien korelasi  $r = 0,9993$ . Sedangkan persamaan regresi linier dari kurva kalibrasi setil alkohol  $y = 1,802245913x - 10388,34286$  dengan koefisien korelasi  $r = 0,9994$ . Harga koefisien korelasi tersebut sudah dapat dikatakan linier karena mendekati 1, meskipun masih dapat diperoleh harga koefisien korelasi yang lebih linier yaitu 0,9999.

Persamaan kurva kalibrasi merupakan hubungan antara sumbu x dan y. Deretan konsentrasi yang dibuat dinyatakan sebagai nilai sumbu x dan area yang diperoleh dari pengukuran dinyatakan sebagai sumbu y. Harga koefisien korelasi ( $r$ ) yang semakin mendekati nilai 1 menyatakan hubungan yang semakin linier antara konsentrasi dengan area kromatogram yang dihasilkan sehingga kadar zat yang dianalisis dapat dihitung dengan menggunakan persamaan regresi linier yang telah diperoleh (Gandjar & Rohman, 2007). Data selengkapnya dapat dilihat pada gambar 4.4; 4.5, tabel 4.3; 4.4; dan lampiran 4.2.

#### 4.3 Pengujian batas deteksi dan batas kuantitasi

Penentuan batas deteksi dan kuantitasi dalam suatu metode sangat penting karena batas deteksi dan kuantitasi merupakan parameter sensitivitas suatu metode. Semakin kecil nilai batas deteksi dan kuantitasi berarti metode yang digunakan semakin sensitif (Gandjar & Rohman, 2007). Batas deteksi dan batas kuantitasi dapat dihitung secara statistik menggunakan persamaan garis regresi linier dari kurva kalibrasi yang telah diperoleh.

Berdasarkan perhitungan secara statistik menggunakan persamaan regresi linier dari kurva kalibrasi gliserin monostearat diperoleh batas deteksi gliserol monostearat 479,519 ppm dan batas kuantitasi sebesar 1598,398 ppm. Sedangkan

untuk setil alkohol diperoleh batas deteksi 426,244 ppm dan batas kuantitasi sebesar 1420,795 ppm. Konsentrasi tersebut berada di bawah konsentrasi terkecil pembuatan kurva kalibrasi. Hal tersebut menunjukkan bahwa metode yang digunakan cukup sensitif untuk menganalisis gliserol monostearat dan setil alkohol dalam *sunblock*. Data selengkapnya dapat dilihat pada tabel 4.5; 4.6 dan lampiran 4.3.

#### 4.4 Uji keterulangan (presisi)

Tujuan dilakukan uji keterulangan adalah untuk mengetahui apakah metode yang digunakan dapat menentukan kadar zat yang dianalisis dengan tepat. Kriteria seksama diberikan jika metode memberikan nilai koefisien variasi (KV) 2% atau kurang (Gandjar & Rohman, 2007).

Larutan standar gliserol monostearat dan setil alkohol diesterifikasi dengan metode Lepage, hingga didapatkan gliserol monostearat dan setil alkohol termetilasi dengan 3 konsentrasi berbeda (rendah, sedang dan tinggi) yaitu 8040; 12060 dan 18090 ppm. Masing-masing konsentrasi memberikan nilai koefisien variasi (KV) berturut-turut untuk gliserol monostearat 1,10%; 1,37% dan 1,39%, sedangkan untuk setil alkohol nilai koefisien variasi (KV) berturut-turut 1,09%; 1,79% dan 1,53%. Data selengkapnya dapat dilihat pada tabel 4.7; 4.8 dan lampiran 4.4.

Pada penelitian ini, hasil uji presisi memperlihatkan bahwa semua nilai koefisien variasi di bawah 2%. Hal tersebut menunjukkan bahwa hasil pengukuran yang satu dengan yang lain memiliki selisih yang kecil sehingga metode ini memenuhi kriteria seksama.

#### 4.5 Uji perolehan kembali (akurasi)

Pada penelitian ini dilakukan uji perolehan kembali dengan metode simulasi. Pada metode ini, dibuat placebo sampel yang mengandung sejumlah standar basis krim yang telah diketahui kadarnya, lalu dianalisis dengan kondisi analisis terpilih. Persen perolehan kembali ditentukan dengan membandingkan hasil dari perhitungan dan hasil yang sebenarnya. Persentase uji perolehan

kembali gliserol monostearat pada larutan yang mengandung gliserol monostearat 1,8% sebesar  $(100,37 \pm 1,00)\%$ ; untuk larutan yang mengandung gliserol monostearat 2,4% sebesar  $(99,77 \pm 0,44)\%$ ; dan untuk larutan yang mengandung gliserol monostearat 3% sebesar  $(100,68 \pm 0,73)\%$ . Persentase uji perolehan kembali setil alkohol pada larutan yang mengandung setil alkohol 1,8% sebesar  $(100,68 \pm 0,71)\%$ ; untuk larutan yang mengandung setil alkohol 2,4% sebesar  $(99,66 \pm 1,01)\%$ ; dan untuk larutan yang mengandung setil alkohol 3% sebesar  $(99,94 \pm 0,66)\%$ . Jika dilihat dari hasil UPK gliserol monostearat dan setil alkohol memenuhi kriteria cermat karena memiliki nilai persentase perolehan kembali pada rentang 98-102%. Metode yang cermat berarti bahwa nilai rata-rata hasil pengukuran, sangat dekat dengan nilai sebenarnya. Data selengkapnya dapat dilihat pada gambar 4.6, tabel 4.9, 4.10, dan lampiran 4.5.

#### **4.6 Penetapan kadar gliserol monostearat dan setil alkohol dalam krim *sunblock* TBS**

Penetapan kadar gliserol monostearat dan setil alkohol dalam krim *sunblock* TBS dilakukan dengan cara yang sama dengan uji perolehan kembali. Krim *sunblock* TBS yang telah ditimbang dilarutkan dalam heksan, kemudian di esterifikasi dengan metode Lepage. Hasil esterifikasi tersebut kemudian diambil bagian toluen dan disuntikkan ke dalam ruang suntik sebanyak 1  $\mu\text{L}$  dan dihitung kadarnya dalam krim *sunblock*. Dari hasil analisis didapat kadar gliserol monostearat dalam sampel adalah  $(3,19 \pm 0,02)\%$ , kadar setil alkohol dalam sampel adalah  $(3,71 \pm 0,07)\%$ . Hasil uji komposisi gliserol monostearat dan setil alkohol dalam sampel lebih kurang sesuai dengan yang telah dinyatakan dalam kemasan. Data selengkapnya dapat dilihat pada gambar 4.7; tabel 4.11; 4.12, dan lampiran 4.6.

## BAB 5

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Kesimpulan

- 5.1.1 Kondisi optimum untuk analisis gliserol monostearat dan setil alkohol dalam *sunblock* dengan menggunakan kromatografi gas dengan detektor ionisasi nyala yang dilengkapi dengan kolom kapiler VB-Wax adalah elusi dengan suhu awal 170°C, laju alir gas pembawa 1,2 ml, suhu injektor 230°C dan detektor 250°C.
- 5.1.2 Metode analisis untuk gliserol monostearat dan setil alkohol dalam krim *sunblock* memenuhi kriteria validasi yang ditetapkan.
- 5.1.3 Hasil analisis pada sampel krim *sunblock* TBS menunjukkan bahwa sampel krim *sunblock* TBS mengandung gliserol monostearat sebanyak  $(3,19 \pm 0,02)\%$  dan setil alkohol sebanyak  $(3,71 \pm 0,07)\%$ .

#### 5.2 Saran

- 5.2.1 Gunakan baku dalam agar hasil yang didapatkan lebih sensitif
- 5.2.2 Untuk penelitian selanjutnya perlu dicoba menetapkan kadar seluruh komponen penyusun basis krim secara serempak

## DAFTAR ACUAN

- Anonim. (2006). Penetapan Komponen Asam lemak Dalam Virgin Coconut Oil Secara Kromatografi Gas. Badan Pengawas Obat dan Makanan. Jakarta
- Barel, André O; Marc Paye; Howard I Maibach (ed). (2009). *Handbook of Cosmetic Science and Technology, Third Edition*. Informa Healthcare USA Inc. New York
- Brightwell, Emma et al., (ed). (1986). *Clarke's Isolation and Identification of Drugs*. The Pharmaceutical Press, London
- Burtis, CA & ER Ashwood.( 1999). *Tietz Textbook of Clinical Chemistry*. Edisi 3. Philadelphia: W.B. Saunders Company.
- Christian, G. D. (1986). *Analytical Chemistry, Fourth Edition*. John Wiley and Sons Inc., New York.
- Clarke, Christine. (2004). How to Choose a Suitable Emollient. *The Pharmaceutical Journal*. 273: 352-353
- Departemen Kesehatan Republik Indonesia. (1980). *Kodeks Kosmetik Indonesia*. Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta.
- Departemen Kesehatan Republik Indonesia. (1995). *Farmakope Indonesia*, edisi IV. Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta.
- Gandjar, I.G & Rohman, A.(2007): *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Pelajar, Yogyakarta.
- Harmita. (2006). *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya*. Departemen Farmasi FMIPA UI, Depok.
- Jennings, Walter; Mittlefehld, Eric dan Philip Stremple. (1987). *Analytical Gas Chromatography*. Academic Press, California.

- Kowalska, Teresa (1986). *Chromatographic Determination of the Solubility of Low Soluble Substances—A Practical Possibility*. Poland
- Katayama, Masatoki; Masuda, Yuichi dan Taniguchi, Hirokazu (1991). *Determination of Alcohols by High-Performance Liquid Chromatography after Pre-column Derivatization with 2-(4-carboxyphenyl)-5,6-dimethylbenzimidazole*. Tokyo, Jepang
- Lachman, Leon; Herbert A Lieberman; Joseph L Kanig. (1970). *The Theory and Practice of Industrial Pharmacy*. Lea & Febiger. London
- Lepage, G., C.C. Roy. (1986). *Direct Transesterification of All Classes of Lipids in A-One-Step Reaction*. *J. Lipid Res.* **27**
- McNair, H M; Bondli, E J. (1997). *Basic Gas Chromatography*. John Willey & Sons in, Kanada
- Mitsui, T (ed). (1997). *New Cosmetics Science*. Elsevier Science B V. Amsterdam
- Oveishi, M R et al., (2006). Quantative Determination of Fatty Acids in Infant Formula by Gas Chromatography Without Derivatization. *Acta Medica Iranica*. 44(4): 225-229
- Prabowo, Deni; M. Muchalal. (2004). Analisis Kandungan Asam Lemak pada Minyak Kedelai dengan Kromatografi Gas-Spektroskopi Massa. *Indonesian Journal of Chemistry*. 4(1): 62-64
- Remington, J.P. (2006). *The Science and Practice of Pharmacy*. Pennsylvania: CK Publishing Company.
- Ranji, Ali; Ravandi, Mahboobeh Ghorbani; dan Farajzadeh, Mir Ali. (2008). Determination of Calcium Stearat in Polyolefin Samples by Gas Chromatographic Techniques After Performing Dispersive Liquid-Liquid Microextraction. *The Japan Society for Analytical Chemistry*

Ratna. (1996). Analisis Trigliserida Dalam Daging Ikan Dengan Kromatografi Gas. *Prosiding Seminar Nasional IIIKromatografi*.

Rieger, Martin M (ed.). (2000). *Harry's Cosmeticology*. Cehmical Publishing Co Inc. New York.

Robbins, S, James; Nicholson. Sherry, H (1987). *Long-Term Stability Studies on Stored Glycerol Monostearate (GMS)-Effects of Relative Humidity*. Witco Corp., Humko Chemical Divison, Memphis, TN.

The United States Pharmacopeial Convention. *The USP XXX*. The United States Pharmacopeial Convention. USA.

Tjokronegoro, Rukmiati K. Pengamatan Metoda Analisis Asam Lemak Dengan Kromatografi Gas Dan Penerapannya Pada Fraksi Minyak Kelapa Sawit.

Wade, Ainley & Weller, Paul J (ed).(2006). *Handbook of Pharmaceutical Excipients*. The Pharmaceutical Press, London.

Wasitaatmadja, Sjarif M. (1997). *Penuntun Ilmu Kosmetik Medik*. UI-press. Jakarta





Gambar 3.1. Alat kromatografi gas Shimadzu GC-17A

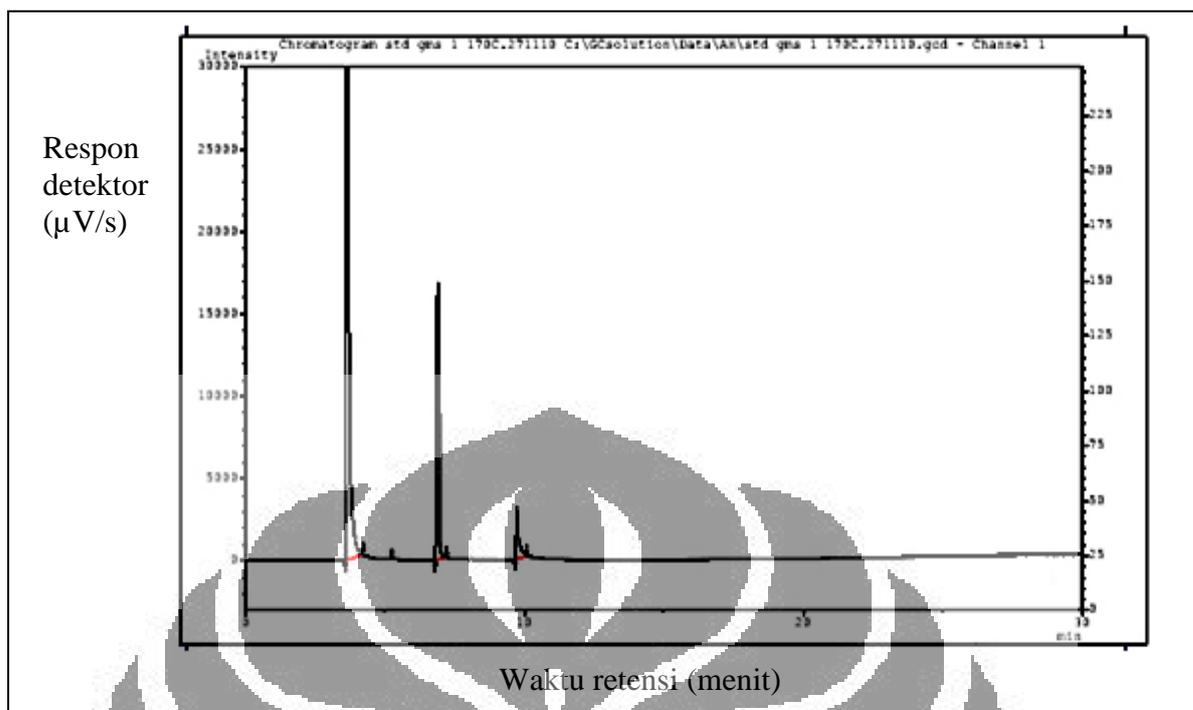
Keterangan:

A = unit utama

B = sistem kontrol / integrator CBM-102 (Shimadzu)



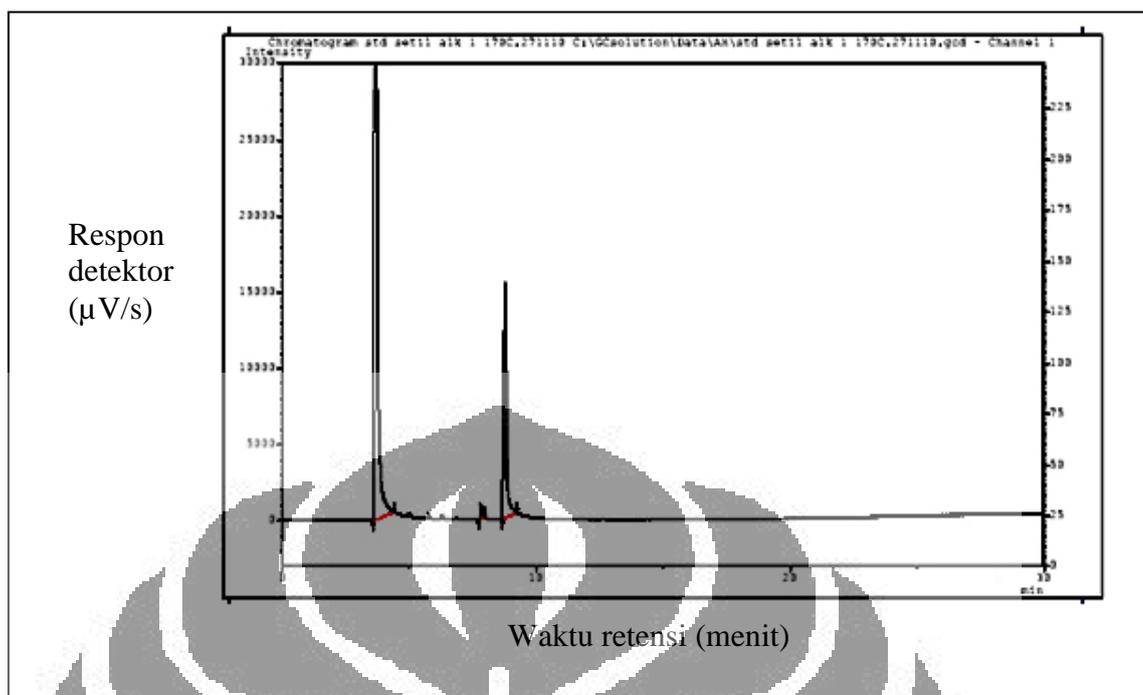
Gambar 3.2 Sampel *sunblock* yang dianalisa



Gambar 4.1. Kromatogram standar gliserol monostearat waktu retensi 6,107 menit pada kondisi analisis

Kondisi :

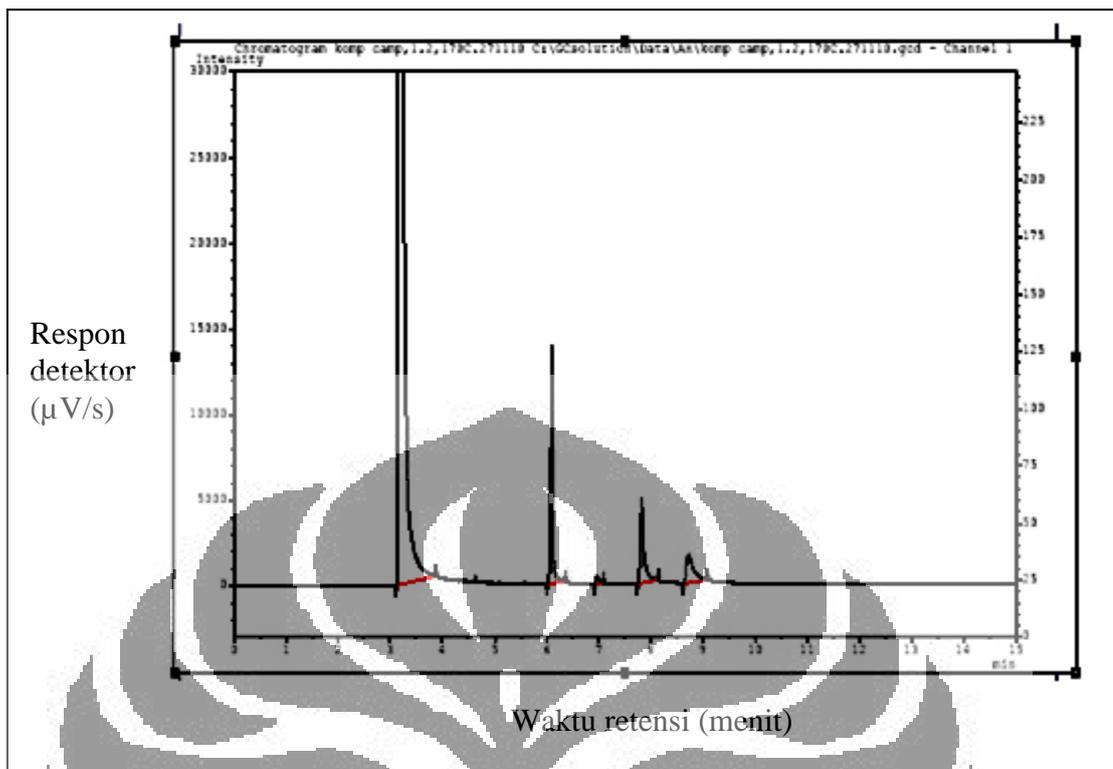
Kolom kapiler VB-Wax dengan panjang kolom 60 m; suhu injektor 230°C; suhu detektor 250°C; split ratio 1:50 suhu kolom 170°C, suhu terprogram dengan kenaikan suhu 2°C/menit sampai 220°C dan dipertahankan selama 5 menit dengan laju alir gas pembawa (He) 1,2 mL/menit; volume penyuntikan 1,0 µL.



Gambar 4.2. Kromatogram standar setii alkohol waktu retensi 7,814 menit pada kondisi analisis

Kondisi :

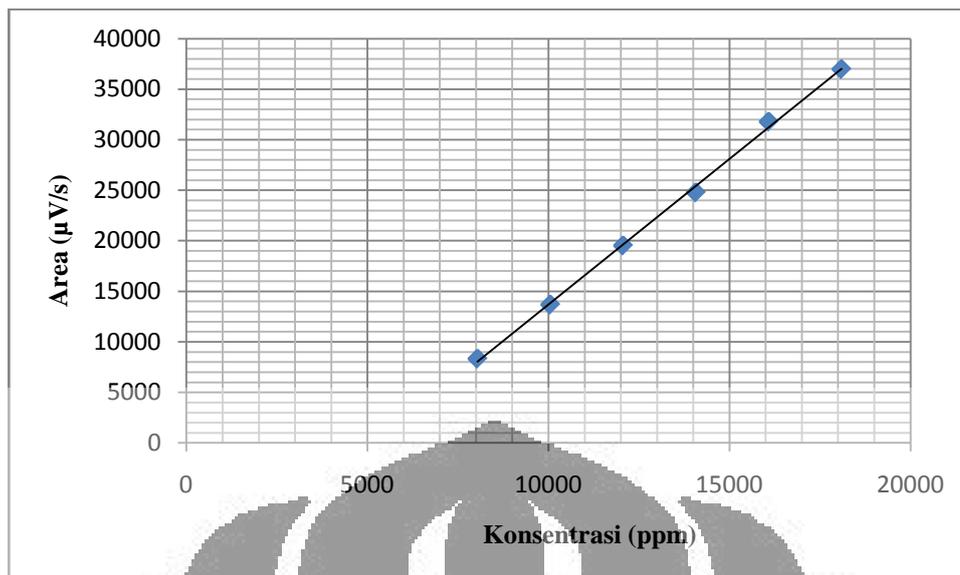
Kolom kapiler VB-Wax dengan panjang kolom 60 m; suhu injektor 230°C; suhu detektor 250°C; split ratio 1:50 suhu kolom 170°C, suhu terprogram dengan kenaikan suhu 2°C/menit sampai 220°C dan dipertahankan selama 5 menit dengan laju alir gas pembawa (He) 1,2 mL/menit; volume penyuntikan 1,0 µL.



Gambar 4.3. Kromatogram standar campuran gliserol monostearat dan setil alkohol termetilasi (waktu retensi gliserol monostearat 6,077 menit dan setil alkohol 7,831 menit) pada kondisi analisis

Kondisi :

Kolom kapiler VB-Wax dengan panjang kolom 60 m; suhu injektor 230°C; suhu detektor 250°C; split ratio 1:50 suhu kolom 170°C, suhu terprogram dengan kenaikan suhu 2°C/menit sampai 220°C dan dipertahankan selama 5 menit dengan laju alir gas pembawa (He) 1,2 mL/menit; volume penyuntikan 1,0 µL.



Gambar 4.4. Kurva kalibrasi gliserol monostearat termetilasi

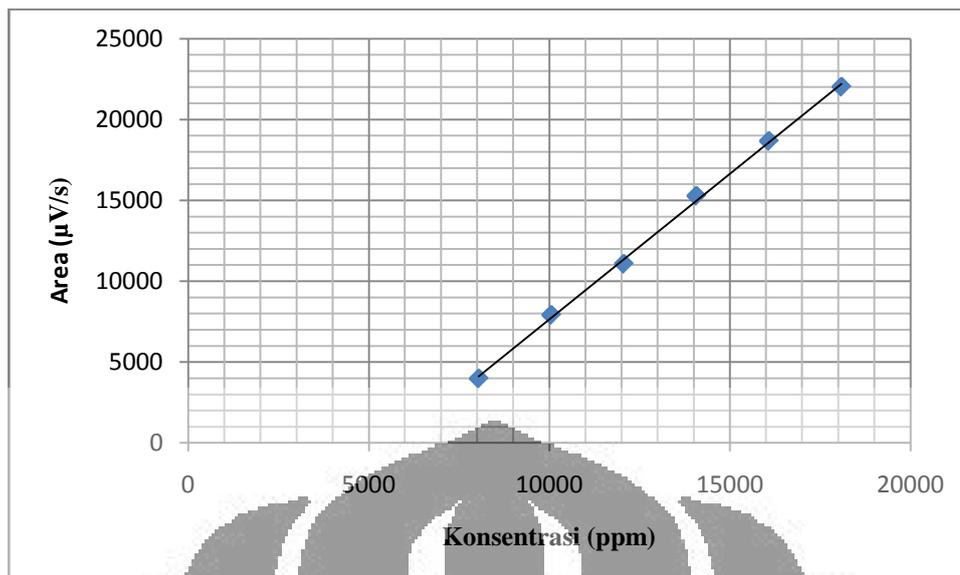
Keterangan:

Persamaan regresi linier kurva kalibrasi gliserol monostearat termetilasi:

$$y = 2,883695807x - 15157,48571 \text{ dengan koefisien korelasi } r = 0,9993$$

Kondisi:

Kolom kapiler VB-Wax dengan panjang kolom 60 m; suhu injektor 230°C; suhu detektor 250°C; split ratio 1:50 suhu kolom 170°C, suhu terprogram dengan kenaikan suhu 2°C/menit sampai 220°C dan dipertahankan selama 5 menit dengan laju alir gas pembawa (He) 1,2 mL/menit; volume penyuntikan 1,0 µL.



Gambar 4.5. Kurva kalibrasi setil alkohol termetilasi

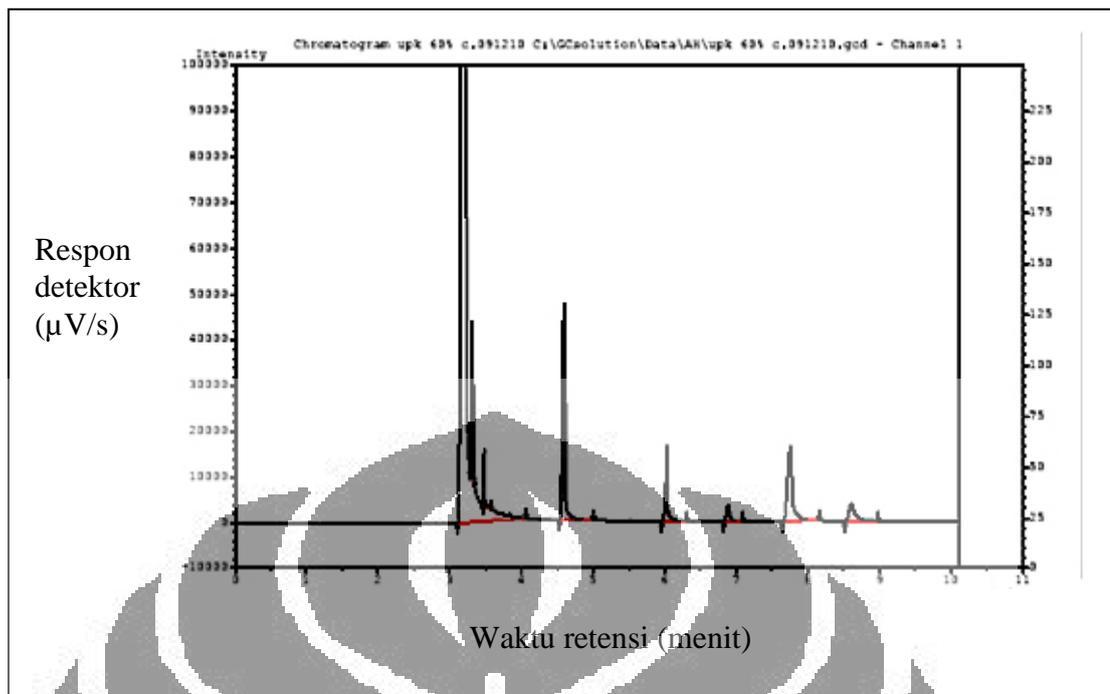
Keterangan:

Persamaan regresi linier kurva kalibrasi setil alkohol termetilasi:

$$y = 1,802245913x - 10388,34286 \text{ dengan koefisien korelasi } r = 0,9994$$

Kondisi:

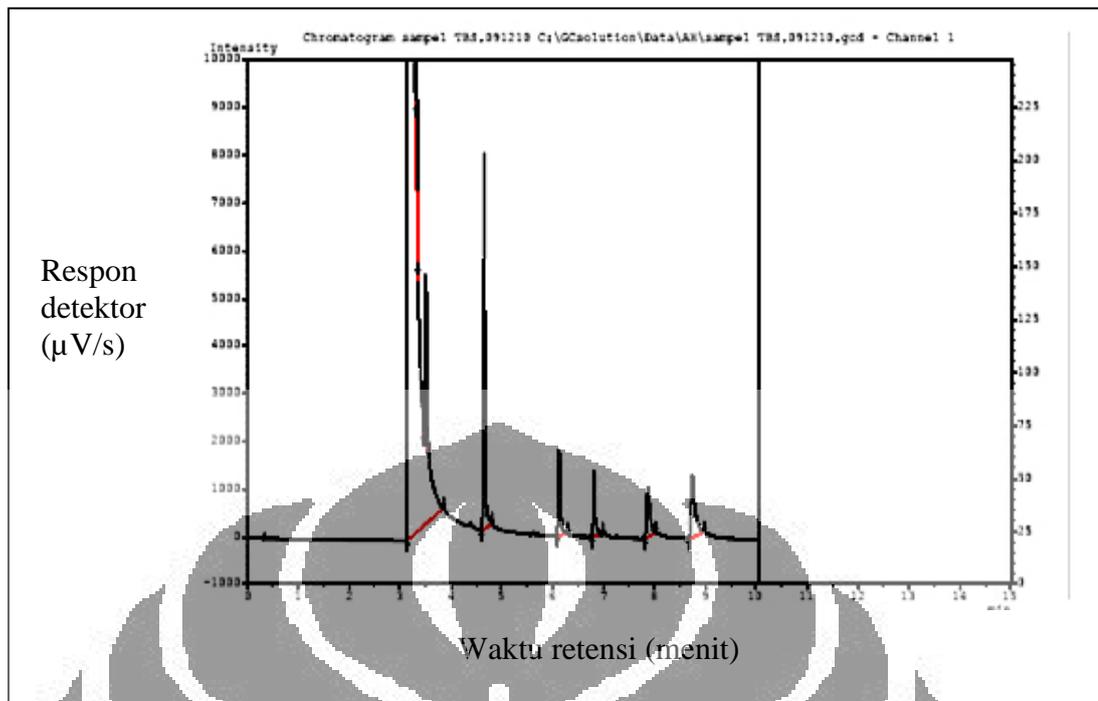
Kolom kapiler VB-Wax dengan panjang kolom 60 m; suhu injektor 230°C; suhu detektor 250°C; split ratio 1:50 suhu kolom 170°C, suhu terprogram dengan kenaikan suhu 2°C/menit sampai 220°C dan dipertahankan selama 5 menit dengan laju alir gas pembawa (He) 1,2 mL/menit; volume penyuntikan 1,0 µL.



Gambar 4.6. Kromatogram upk gliserol monostearat dan setil alkohol termetilasi pada kadar 100% (waktu retensi 6,033 menit dan 7,758 menit) pada kondisi analisis

**Kondisi:**

Kolom kapiler VB-Wax dengan panjang kolom 60 m; suhu injektor  $230^{\circ}\text{C}$ ; suhu detektor  $250^{\circ}\text{C}$ ; split ratio 1:50 suhu kolom  $170^{\circ}\text{C}$ , suhu terprogram dengan kenaikan suhu  $2^{\circ}\text{C}/\text{menit}$  sampai  $220^{\circ}\text{C}$  dan dipertahankan selama 5 menit dengan laju alir gas pembawa (He)  $1,2 \text{ mL}/\text{menit}$ ; volume penyuntikan  $1,0 \mu\text{L}$ .



Gambar 4.7 Kromatogram sampel *sunblock* TBS (waktu retensi gliserol monosterat 6,128 menit dan setil-alkohol 7,867 menit) pada kondisi analisis

Kondisi:

Kolom kapiler VB-Wax dengan panjang kolom 60 m; suhu injektor  $230^{\circ}\text{C}$ ; suhu detektor  $250^{\circ}\text{C}$ ; split ratio 1:50 suhu kolom  $170^{\circ}\text{C}$ , suhu terprogram dengan kenaikan suhu  $2^{\circ}\text{C}/\text{menit}$  sampai  $220^{\circ}\text{C}$  dan dipertahankan selama 5 menit dengan laju alir gas pembawa (He)  $1,2 \text{ mL}/\text{menit}$ ; volume penyuntikan  $1,0 \mu\text{L}$ .



**Tabel 4.1**

**Pemilihan kondisi analisis optimum penetapan kadar gliserol monostearat dengan variasi suhu awal kolom dan laju alir gas pembawa**

Suhu awal (°C)	Laju alir (mL/menit)	Waktu retensi (menit)	Faktor ikutan (Tf)	Jumlah lempeng teoritis (N)	HETP (cm)
150	1,0	10,476	1,636	142068,006	0,422332949
160	1,0	8,318	1,330	183273,337	0,327379863
170	0,8	7,931	1,084	214031,040	0,28033317
	1,0	6,915	1,180	231590,350	0,259078152
	<b>1,2</b>	<b>6,100</b>	<b>1,217</b>	<b>249625,105</b>	<b>0,240360439</b>

Keterangan :

Kondisi optimum analisis menggunakan laju alir 1,2 mL/menit dengan suhu awal 170°C yang mempunyai nilai lempeng teoritis yang besar dan nilai HETP yang kecil

Tabel 4.2

**Pemilihan kondisi analisis optimum penetapan kadar setil alkohol dengan variasi suhu awal kolom dan laju alir gas pembawa**

Suhu awal (°C)	Laju alir (mL/menit)	Waktu retensi (menit)	Faktor ikutan (Tf)	Jumlah lempeng teoritis (N)	HETP (cm)
150	1,0	13,968	2,391	37548,216	1,597945426
160	1,0	10,937	1,983	65787,653	0,912025239
170	0,8	9,999	2,070	110345,538	0,543746499
	1,0	8,794	2,074	199608,343	0,300588638
	<b>1,2</b>	<b>7,822</b>	<b>2,130</b>	<b>202849,602</b>	<b>0,295785643</b>

Keterangan :

Kondisi optimum analisis menggunakan laju alir 1,2 mL/menit dengan suhu awal 170°C yang mempunyai nilai lempeng teoritis yang besar dan nilai HETP yang kecil.

**Tabel 4.3****Data kurva kalibrasi dan linearitas gliserol monostearat termetilasi**

Konsentrasi (ppm)	Area ( $\mu\text{V/s}$ )	$\Delta y$	$\Delta x$	$\Delta y/\Delta x$	$y_1$
8040	3980	3948	2010	1,964179104	4101,714281
10050	7916	3162	2010	1,573134328	7724,228566
12060	11078	4205	2010	2,092039801	11346,74285
14070	15283	3389	2010	1,686069652	14969,25714
16080	18672	3359	2010	1,671144279	18591,77142
18090	22031	22031	18090	1,217855169	22214,28571

**Keterangan :**

persamaan regresi linier kurva kalibrasi gliserol monostearat termetilasi :

$$y = 1,802245913x - 10388,34286 \text{ dengan koefisien korelasi } r = 0,9993$$

**Kondisi :**

Kolom kapiler VB-Wax dengan panjang kolom 60 m; suhu injektor 230°C; suhu detektor 250°C; split ratio 1:50 suhu kolom 170°C, suhu terprogram dengan kenaikan suhu 2°C/menit sampai 220°C dengan laju alir gas pembawa (He) 1,2 mL/menit; volume penyuntikan 1,0  $\mu\text{L}$ .

**Tabel 4.4****Data kurva kalibrasi dan linearitas setil alkohol termetilasi**

Konsentrasi (ppm)	Area ( $\mu\text{V/s}$ )	$\Delta y$	$\Delta x$	$\Delta y/\Delta x$	$y_1$
8040	3980	3948	2010	1,964179104	4101,714281
10050	7916	3162	2010	1,573134328	7724,228566
12060	11078	4205	2010	2,092039801	11346,74285
14070	15283	3389	2010	1,686069652	14969,25714
16080	18672	3359	2010	1,671144279	18591,77142
18090	22031	22031	18090	1,217855169	22214,28571

**Keterangan :**

persamaan regresi linier kurva kalibrasi setil alkohol termetilasi :

$$y = 1,802245913x - 10388,34286 \text{ dengan koefisien korelasi } r = 0,9994$$

**Kondisi :**

Kolom kapiler VB-Wax dengan panjang kolom 60 m; suhu injektor 230°C; suhu detektor 250°C; split ratio 1:50 suhu kolom 170°C, suhu terprogram dengan kenaikan suhu 2°C/menit sampai 220°C dengan laju alir gas pembawa (He) 1,2 mL/menit; volume penyuntikan 1,0  $\mu\text{L}$ .

**Tabel 4.5****Data batas deteksi dan batas kuantitasi gliserol monostearat termetilasi**

Konsentrasi (ppm)	Area ( $\mu\text{V/s}$ )	$\Delta y$	$\Delta x$	$\Delta y/\Delta x$	$y_1$	$(y-y_1)^2$
8040	8328	5357	2010	2,6651741	8027,428578	90343,17955
10050	13685	5846	2010	2,9084577	13823,65715	19225,80534
12060	19531	5255	2010	2,6144279	19619,88572	7900,67165
14070	24786	7002	2010	3,4835821	25416,11429	397044,0241
16080	31791	5196	2010	2,5850746	31212,34287	334844,0781
18090	36987	36987	18090	2,0446103	37008,57144	465,3269646
X= 13065						849823,0857

Persamaan regresi linier gliserol monostearat termetilasi :

$$y = 2,883695807x - 15157,48571$$

$$r = 0,9993$$

$$S (y/x) = 460,9292477$$

$$b = 2,883695807$$

$$\text{Batas deteksi (LOD)} = 479,519 \text{ ppm}$$

$$\text{Batas kuantitasi (LOQ)} = 1598,398 \text{ ppm}$$

Tabel 4.6

Data batas deteksi dan batas kuantitasi setil alkohol termetilasi

Konsentrasi (ppm)	Area ( $\mu\text{V/s}$ )	$\Delta y$	$\Delta x$	$\Delta y/\Delta x$	$y_1$	$(y-y_1)^2$
8040	3980	3948	2010	1,964179104	4101,714281	14814,36608
10050	7916	3162	2010	1,573134328	7724,228566	36776,28303
12060	11078	4205	2010	2,092039801	11346,74285	72222,71985
14070	15283	3389	2010	1,686069652	14969,25714	98434,58477
16080	18672	3359	2010	1,671144279	18591,77142	6436,624882
18090	22031	22031	18090	1,217855169	22214,28571	33593,65009
X= 13065						262278,2287

Persamaan regresi linier setil alkohol termetilasi :

$$y = 1,802245913x - 10388,34286$$

$$r = 0,9994$$

$$S (y/x) = 256,062233$$

$$b = 1,802245913$$

$$\text{Batas deteksi (LOD)} = 426,244 \text{ ppm}$$

$$\text{Batas kuantitasi (LOQ)} = 1420,795 \text{ ppm}$$

**Tabel 4.7****Data uji presisi gliserol monostearat termetilasi**

Konsentrasi (ppm)	Area ( $\mu\text{V/s}$ )	xi	Rata-rata	SD	KV(%)
8040	8328	8144,23132	7985,060579	88,00082466	1,10
	7789	7957,318402			
	7752	7944,487645			
	7669	7915,705136			
	7681	7919,866463			
	7995	8028,754508			
12060	19531	12029,17646	11703,55265	160,8213513	1,37
	18502	11672,3427			
	18326	11611,30991			
	18375	11628,302			
	18428	11646,68119			
	18390	11633,50365			
18090	36987	18082,51952	17626,92206	246,2548728	1,39
	35016	17399,02163			
	35751	17653,90288			
	35428	17541,89384			
	35726	17645,23345			
	35131	17438,90101			

**Kondisi :**

Kolom kapiler VB-Wax dengan panjang kolom 60 m; suhu injektor 230°C; suhu detektor 250°C; split ratio 1:50 suhu kolom 170°C, suhu terprogram dengan kenaikan suhu 2°C/menit sampai 220°C dengan laju alir gas pembawa (He) 1,2 mL/menit; volume penyuntikan 1,0  $\mu\text{L}$ .

**Tabel 4.8****Data uji presisi setil alkohol termetilasi**

Konsentrasi (ppm)	Area ( $\mu\text{V/s}$ )	xi	Rata-rata	SD	KV(%)
8040	3968	8144,23132	7829,310506	85,72089302	1,09
	3802	7957,318402			
	3706	7944,487645			
	3714	7915,705136			
	3628	7919,866463			
	3514	8028,754508			
12060	11078	11910,88447	11797,69237	211,8673902	1,79
	10098	11367,1185			
	11065	11903,67125			
	11009	11872,59891			
	11008	11872,04405			
	10986	11859,83705			
18090	22031	17988,3015	17806,02893	271,6370921	1,53
	21986	17963,33265			
	21054	17446,20012			
	21997	17969,43615			
	21089	17465,62033			
	22058	18003,28281			

**Kondisi :**

Kolom kapiler VB-Wax dengan panjang kolom 60 m; suhu injektor 230°C; suhu detektor 250°C; split ratio 1:50 suhu kolom 170°C, suhu terprogram dengan kenaikan suhu 2°C/menit sampai 220°C dengan laju alir gas pembawa (He) 1,2 mL/menit; volume penyuntikan 1,0  $\mu\text{L}$ .

**Tabel 4.9****Data uji perolehan kembali gliserol monostearat termetilasi**

Kadar	Berat gliserol monostearat (mg)	Konsentrasi akhir (ppm)	Area ( $\mu\text{V/s}$ )	Xi	%UPK
80%	120,5	24100	54484	24150,08044	100,21
			53955	23966,6353	99,45
			54096	24015,53088	99,65
100%	150,0	30000	71314	29986,34097	99,95
			72481	30391,02998	101,303
			72096	30257,52075	100,858
120%	180,3	36060	88659	36001,19175	99,84
			88546	35962,00593	99,72
			88701	36015,7564	99,87

**Kondisi :**

Kolom kapiler VB-Wax dengan panjang kolom 60 m; suhu injektor 230°C; suhu detektor 250°C; split ratio 1:50 suhu kolom 170°C, suhu terprogram dengan kenaikan suhu 2°C/menit sampai 220°C dengan laju alir gas pembawa (He) 1,2 mL/menit; volume penyuntikan 1,0  $\mu\text{L}$ .

**Tabel 4.10****Data uji perolehan kembali setil alkohol termetilasi**

Kadar	Berat setil alkohol (mg)	Konsentrasi akhir (ppm)	Area ( $\mu\text{V/s}$ )	$X_i$	%UPK
80%	120,2	24040	32997	24072,93175	100,14
			33022	24086,80333	100,19
			32351	23714,4901	98,65
100%	150,4	30080	43853	30096,52704	100,05
			44082	30223,59072	100,48
			43435	29864,59421	99,28
120%	180,2	36040	54510	36009,70455	99,92
			53981	35716,1819	99,10
			54423	35961,43145	99,78

**Kondisi :**

Kolom kapiler VB-Wax dengan panjang kolom 60 m; suhu injektor 230°C; suhu detektor 250°C; split ratio 1:50; suhu kolom 170°C, suhu terprogram dengan kenaikan suhu 2°C/menit sampai 220°C dengan laju alir gas pembawa (He) 1,2 mL/menit; volume penyuntikan 1,0  $\mu\text{L}$ .

**Tabel 4.11****Data penetapan kadar gliserol monostearat dalam krim *sunblock***

Berat yang ditimbang (mg)	Konsentrasi akhir (ppm)	Area ( $\mu\text{V/s}$ )	Konsentrasi hitung (ppm)	% kadar
1000,5	200100	3367	6423,869558	3,21
		3245	6381,562738	3,19
		3214	6370,812644	3,18

**Kondisi :**

Kolom kapiler VB-Wax dengan panjang kolom 60 m; suhu injektor 230°C; suhu detektor 250°C; split ratio 1:50 suhu kolom 170°C, suhu terprogram dengan kenaikan suhu 2°C/menit sampai 220°C dengan laju alir gas pembawa (He) 1,2 mL/menit; volume penyuntikan 1,0  $\mu\text{L}$ .

Tabel 4.12

Data penetapan kadar setil alkohol dalam krim *sunblock*

Berat yang ditimbang (mg)	Konsentrasi akhir (ppm)	Area ( $\mu\text{V/s}$ )	Konsentrasi hitung (ppm)	% kadar
1000,5	200100	3192	7535,23299	3,77
		2953	7402,620677	3,69
		2835	7337,146815	3,67

**Kondisi :**

Kolom kapiler VB-Wax dengan panjang kolom 60 m; suhu injektor 230°C; suhu detektor 250°C; split ratio 1:50 suhu kolom 170°C, suhu terprogram dengan kenaikan suhu 2°C/menit sampai 220°C dengan laju alir gas pembawa (He) 1,2 mL/menit; volume penyuntikan 1,0  $\mu\text{L}$ .

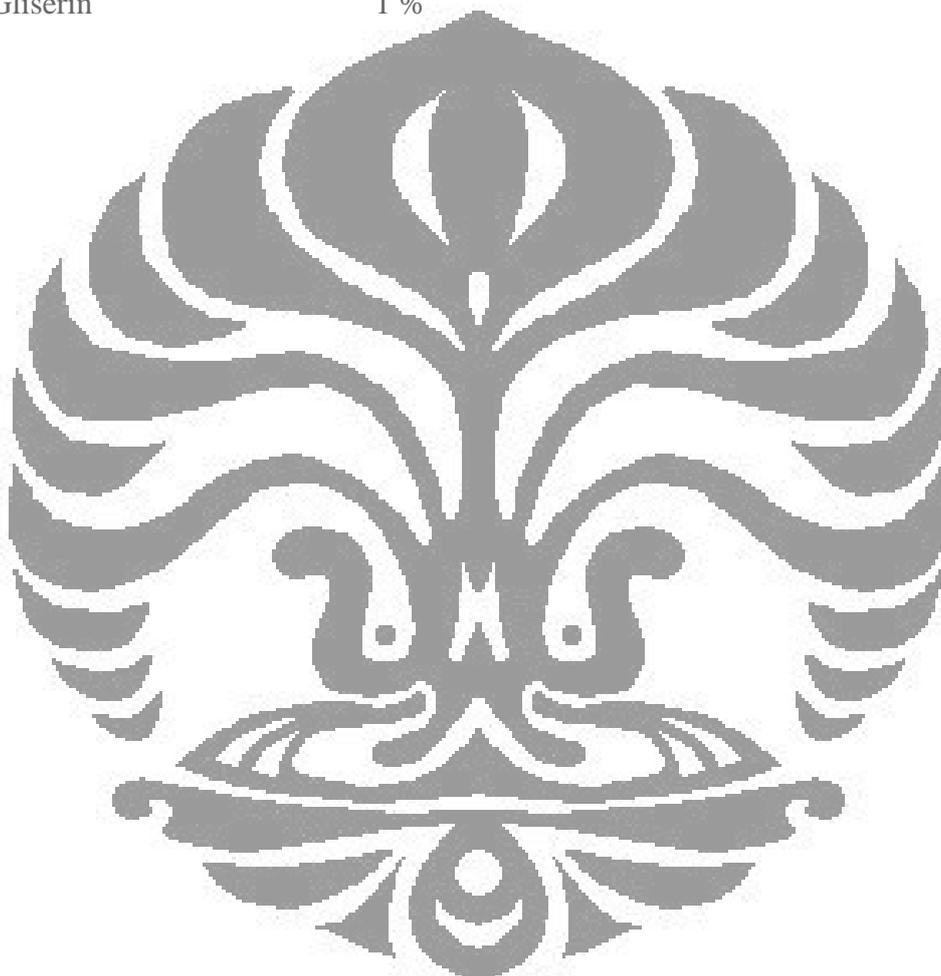
# LAMPIRAN



## Lampiran 4.1

**Komposisi basis krim**

Gliserol monostearat	3 %
Setil alkohol	3 %
Isopropil miristat	3 %
Miritol	2 %
Propilen glikol	3 %
Gliserin	1 %



Lampiran 4.2  
Cara memperoleh persamaan regresi linier

Dari kurva kalibrasi didapatkan persamaan garis :

$y = a + bx$ , dimana:

$y$  = luas puncak / area

$x$  = berat ( $\mu\text{g}$ )

$a$  = intersep

$b$  = slope

$r$  = koefisien korelasi

$a$  dan  $b$  dihitung dengan metode kuadrat terkecil (*least square*) :

$$b = \frac{n \times \sum x_i \cdot y_i - ((\sum x_i) \cdot (\sum y_i))}{n \times \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2}$$

$$a = \frac{(\sum x_i^2) \cdot (\sum y_i) - (\sum x_i) (\sum x_i \cdot y_i)}{n \times \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2}$$

Koefisien korelasi ( $r$ ) dihitung dengan rumus :

$$r = \frac{n \times \sum x_i \cdot y_i - ((\sum x_i) \cdot (\sum y_i))}{\sqrt{\{(n \times \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2) \times (n \times \sum y_i^2 - (\sum y_i)^2)\}}}$$

## Lampiran 4.3

## Perhitungan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ)

Rumus :

$$S_{y/x} = \left[ \frac{\sum (y-y')^2}{n-2} \right]^{1/2}$$

$$a. \text{ Batas Deteksi (LOD)} = \frac{3 (S_{y/x})}{b}$$

$$b. \text{ Batas Kuantitasi (LOQ)} = \frac{10 (S_{y/x})}{b}$$

Keterangan :

b = slope dari kurva kalibrasi ;  $y = a+bx$  $S_{y/x}$  = simpangan baku residual $y$  = luas puncak yang diperoleh $y'$  = luas puncak berdasarkan persamaan kurva kalibrasi

Contoh perhitungan :

Persamaan kurva kalibrasi gliserol monostearat  $y = 2,883695807x - 15157,48571$ 

$$\sum (y-y')^2 = 2672,12$$

$$n = 6$$

$$S_{y/x} = \left[ \frac{849823,0857}{6 - 2} \right]^{1/2}$$

$$S_{y/x} = 460,9292477$$

$$a. \text{ Batas Deteksi (LOD)} = \frac{3 \times 460,9292477}{2,883695807} = 479,5192821 \text{ ppm}$$

$$b. \text{ Batas Kuantitasi (LOQ)} = \frac{10 \times 460,9292477}{2,883695807} = 1598,397607 \text{ ppm}$$

Lampiran 4.4  
Cara perhitungan uji presisi

Rata-rata : 
$$\bar{x} = \frac{\sum x}{n}$$

Simpangan baku : 
$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

Koefisien variasi : 
$$KV = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$$

Contoh perhitungan :

Hasil pengukuran standar gliserol monostearat untuk data presisi konsentrasi rendah:

Konsentrasi rata-rata ( $\bar{x}$ ) = 7985,060579

SD: 
$$\sqrt{\frac{(8144,23132-7985,060579)^2 + \dots + (8028,754508-7985,060579)^2}{6-1}} = 88,00082466$$

$$KV = \frac{88,00082466}{7985,060579} \times 100\% = 1,102068341\%$$

## Lampiran 4.5

## Cara perhitungan uji perolehan kembali

Perhitungan UPK dengan metode simulasi :

$$\text{Persen perolehan kembali: } \% \text{ UPK} = \frac{C_a}{C} \times 100\%$$

$C_a$  = konsentrasi gliserol monostearat dari hasil perhitungan kurva kalibrasi

$C$  = konsentrasi gliserol monostearat yang sebenarnya

Contoh perhitungan :

Persamaan kurva kalibrasi gliserol monostearat :  $y = 2,883695807x - 15157,48571$

$y$  = luas puncak gliserol monostearat ( $\mu\text{V/s}$ )

$x$  = konsentrasi gliserol monostearat (ppm)

luas puncak gliserol monostearat =  $54484 \mu\text{V/s}$  → diplot persamaan regresi linier gliserol monostearat, maka  $x = 24150,08044$  ppm

konsentrasi akhir larutan gliserol monostearat :  $\frac{120,5 \text{ mg}}{5 \text{ ml}} \times 1000 \mu\text{g/ml} = 24100$  ppm

larutan diambil  $0,4 \text{ ml}$  dalam  $0,4 \text{ ml}$  toluen =  $\frac{0,4 \text{ ml}}{0,4 \text{ ml}} \times 18000 \text{ ppm} = 24100$  ppm

$$\text{UPK} = \frac{24150,08044}{24100} \times 100\% = 100,21\%$$

## Lampiran 4.6

## Cara perhitungan kadar zat dalam sampel

Contoh perhitungan kadar gliserol monostearat dalam sampel :

Persamaan kurva kalibrasi gliserol monostearat :  $y = 2,883695807x - 15157,48571$

$y$  = luas puncak gliserol monostearat ( $\mu V/s$ )

$x$  = konsentrasi gliserol monostearat (ppm)

luas puncak gliserol monostearat dalam sampel = 3367  $\mu V/s$  → diplot persamaan regresi linier gliserol monostearat, maka  $x = 6423,869558$  ppm

konsentrasi akhir :  $\frac{1000,5 \text{ mg}}{5 \text{ ml}} \times 1000 \mu g/ml = 200100 \text{ ppm}$

larutan diambil 0,4 ml dalam 0,4 ml toluen =  $\frac{0,4 \text{ ml}}{0,4 \text{ ml}} \times 200100 \text{ ppm} = 200100 \text{ ppm}$

kadar gliserol monostearat dalam sampel =  $\frac{\text{konsentrasi pengukuran}}{\text{konsentrasi larutan}} \times 100 \%$   
 $= \frac{6423,869558}{200100} \times 100 \% = 3,21 \%$

## Lampiran 4.7 Sertifikat analisis setil alkohol



### Lanette 16 98-100 MY (Cetyl Alcohol 98% min)

- ☐ Solid white waxy product with typical fat-like odour.
- ☐ Widely used as a consistency-giving factor in cosmetics and personal care creams and lotions.
- ☐ Also used as a lubricant, a chemical intermediate in the rubber industry and alkyl-bromo compounds for flame-retardants.
- ☐ This product is of 100% vegetable origin and Kosher certified.

### Specifications

#### Quality Control Data <sup>1</sup>

	Method	Specified Range	Typical values
Acid value mgKOH/g	ISO 660	≤ 0.1	0.04
Sap. value mgKOH/g	AOCS Tl 1a-64	≤ 0.5	0.06
Hydroxy value mgKOH/g	AOCS Cd 13-60	228-233	230
Iodine value % I <sub>2</sub>	AOCS Tg 1-64	≤ 0.5	0.04
Water content %	ISO 760	≤ 0.3	0.12
Solid. range °C	ISO 3841	47-59	48.4
Chain distribution %	In-hse QC027		
C14		0-2	0.3
C16		98 min	98.6
C18		0-2	0.4

#### Additional Specifications <sup>2</sup>

	Method	Specified Range
Hydrocarbon %	In-hse QC027	≤ 0.5
Colour APHA	ASTM D1209	≤ 10

Note:  
<sup>1</sup> determined for each production batch  
<sup>2</sup> guaranteed but not determined for each batch

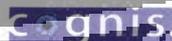
**Forms of delivery:** Fused, pastilles or flakes.

**Storage information:** Product stored in sealed containers in a cool and dry place is stable for at least 2 years.

**Country of Origin:** Malaysia.

CAS No.  
36653-82-4

HS No.  
2905.17.000



Cognis Oleochemicals (M) Sdn Bhd, PTD Bldg-122, 42507 Teluk Panglima Garang, Selangor, Malaysia  
 Telephone: +603-31275013 Fax: +603-31228575  
 Visit our website: www.cognis.com

Jan, 2003

All data including the formulae and procedures disclosed herein are believed to be correct. However, this should not be accepted as a guarantee of their accuracy, and confirming tests should occur in your own plant or laboratory. No data should be construed as a recommendation for any use which would violate any patent rights. Sales of all products are pursuant to terms and conditions included in Cognis sales documents. Nothing contained herein shall constitute a guarantee or warranty with respect to the products described or their use. Safety information regarding these products is contained in their Material Safety Data Sheets. Users of these products are urged to study and use this information.

Lampiran 4.8  
Sertifikat analisis gliserol monostearat



(Ph. Eur.: "Glyceroli monostearas 40-55 (Glycerol monostearate 40-55 (typ II))"  
BP: "Glycerol monostearate 40-55 (typ II)"  
NF: "Mono- and Di-glycerides")

#### Registrations

Ingredient	CASR-No.	EINECS/ELINCS-No.
	67701-35-1	2669526

#### Officially listed in / Quality conforms to

Ph. Eur.:	Conforms to the current analytical specification in the monograph "Glycerol monostearas 40-55 (Glycerol monostearate 40-55 (typ II))"
BP:	Conforms to the current analytical specification in the monograph "Glycerol monostearate 40-55 (typ II)" (copy of the Ph. Eur.)
Monography USP/NF:	Conforms to the current analytical specification of Mono- and Di-glycerides
CCIC:	Glycerol Monostearate, Lipophilic (Ingredient Code 102544)
US DMF no. (Typ IV):	e16503
Residual solvents	Conforms to current ICH Guideline (CPMP/ICH/283/95)
Minimising animal spongiform encephalopathy agents	Conforms to requirements Ph. Eur. 5.2.8

#### Product properties

##### Appearance

CUTINA® GMS V PH is a white to slightly yellowish, hydrophilic wax which is supplied as powder.

##### Example of use

On account of its consistency giving characteristics it is mainly used for the viscosity adjustment in pharmaceutical O/W emulsions.

#### Characteristic values

The specifications stated in the paragraphs "Quality control data" and "Additional product descriptive data" finally and conclusively describe the properties of the Product.

##### Provisional quality control data

(Data which is used for quality-release and is certified for each batch.)

Ph. Eur.:	conforms
Identity A, B, C, D	
Melting point (Capillary tube)	54 - 64 °C
Acid value	≤ 3.0
Iodine value	≤ 3.0
Saponification value	158 - 177
Free glycerol	≤ 6.0 %
Composition of fatty acids	

- Stearic acid	60.0 - 80.0 %
- Sum of palmitic and stearic acids	>= 90.0 %
Nickel	<= 1 ppm
Water	<= 1.0 %
Total ash	<= 0.1 %
Assay	
- Monoacylglycerols	40.0 - 55.0 %
- Diacylglycerols	30.0 - 45.0 %
- Triacylglycerols	5.0 - 15.0 %

**NF:**

Monoglyceride value	47 - 57 %
Acid value	<= 4
Hydroxyl value	200 - 244
Iodine number	<= 10
Saponification value	149 - 181
Residue on ignition	<= 0.1%
Arsenic	<= 3 ppm
Heavy metals	<= 0.001%
Organic volatile Impurities	complies
Free glycerin	<= 7.0 %

**Further certification:**

Pesticide residues	complies to the limits defined in Ph. Eur. 2.8.13 (table 1).
Microbiological status	complies with criteria defined in Ph. Eur. 5.1.4 (category 2 - topical applications; category 3A - oral applications).
Aflatoxine	conforms to German ordinance requirements regulating aflatoxine contamination (July 2000).
Heavy Metals	conforms to German Federal Health Gazette 28, 246-1985 and supplements 1992 for heavy metals.

**Methods of identification**

As described in the current Monograph of the Ph. Eur.

**Methods of analysis**

All test and assay methods are as described in the current Monograph of the Ph. Eur. and USP/NF

**Stabilising additives / Auxiliaries**

(type and concentration)

**Preservatives**

not present

**Antioxidants**

not present

**Solvents**

not present

**Others**

not present

**Storage and transportation**

In sealed original containers, protected from moisture and at temperatures below 30° C CUTINA® GMS V PH remains stable for at least two years.

**Revision-No.** 6-12.2006

All products in the text marked with an ® are trademarks of the Cognis group.

The information on product specifications provided herein is only binding to the extent confirmed by Cognis in a written Sales Agreement. COGNIS EXPRESSLY DISCLAIMS ANY RESPONSIBILITY FOR THE SUITABILITY OF THE PRODUCTS FOR ANY SPECIFIC OR PARTICULAR PURPOSES INTENDED BY THE USER. Suggestions for the use and application of the products and guide formulations are given for information purposes only and without commitment. Such suggestions do not release Cognis' customers from testing the products as to their suitability for the customer's intended processes and purposes. Cognis does not assume any liability or risk involved in the use of its products as the conditions of use are beyond its control. The user of the products is solely responsible for compliance with all laws and regulations applying to the use of the products, including intellectual property rights of third parties.

 **cognis**  
www.cognis.com

 **nutrition&health**

