



**VALIDASI DAN PENETAPAN KADAR RHODAMIN B PADA
LIPSTIK YANG BEREDAR DI SEKITAR UNIVERSITAS
JEMBER DENGAN METODE KLT-DENSITOMETRI**

SKRIPSI

OLEH :

Risa Wahyu Ananda

092210101035

BAGIAN KIMIA FARMASI

FAKULTAS FARMASI

UNIVERSITAS JEMBER

2014



**VALIDASI DAN PENETAPAN KADAR RHODAMIN B DALAM
SAMPEL LIPSTIK YANG BEREDAR DI SEKITAR
UNIVERSITAS JEMBER**

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat untuk menyelesaikan pendidikan di Fakultas Farmasi (S1) dan mencapai gelar Sarjana Farmasi

Oleh :
Risa Wahyu Ananda
NIM 092210101035

FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS JEMBER
2014

PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Ibunda Sri Sejati, S.Pd. serta Ayahanda Darminto tercinta atas curahan kasih sayang, bimbingan yang telah diberikan, segala tangis dan doa yang engkau panjatkan di tiap sujudmu dan jerih payahmu demi kebahagiaan dan kesuksesanku
2. Saudaraku tersayang Rida Yuanita Ananda
3. Ibu Nia Kristiningrum S.Farm., Apt., M.Farm dan Ibu Yuni Retnaningtyas., S.Si., Apt., M.Si. selaku pembimbing skripsi
4. Krisdianto
5. Bapak dan Ibu guru yang telah menyalurkan ilmunya tanpa pamrih di TK Dharma Wanita, SDN Sidoklumpuk I, SMP Negeri 5 Sidoarjo, SMA Negeri 1 Sidoarjo, Fakultas Farmasi Universitas Jember;
6. Almamater tercinta Fakultas Farmasi Universitas Jember.

MOTTO

“ Dan bahwasanya setiap manusia itu tiada akan memperoleh hasil selain dari apa yang telah diusahakannya”
(QS. An-Najm:36)

“ Arti penting manusia bukan terletak pada apa yang dia peroleh, melainkan apa yang sangat ia rindukan untuk diraih”
(Kahlil Gibran)

“Love is a game that two can play and both win”
(Eva Gabor)

“Hidup adalah memilih, namun untuk memilih dengan baik, kita harus tahu siapa kita dan apa yang kita perjuangkan “
(Anonim)

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama : Risa Wahyu Ananda

NIM : 092210101035

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa skripsi yang berjudul: “Validasi dan Penetapan Kadar Rhodamin B pada Lipstik yang Beredar di Sekitar Universitas Jember dengan Metode KLT-Densitometri” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali jika dalam pengutipan substansi disebutkan sumbernya, dan belum pernah diajukan pada instansi manapun, serta bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa ada tekanan dan paksaan dari pihak manapun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata dikemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, Januari 2014

Yang menyatakan,

Risa Wahyu Ananda

NIM : 092210101035

SKRIPSI

Validasi dan Penetapan Kadar Rhodamin B pada Lipstik yang Beredar di Sekitar Universitas Jember dengan Metode KLT-Densitometri

Oleh :

Risa Wahyu Ananda

NIM 092210101035

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Nia Kristiningrum, S.Farm., Apt., M.Farm

Dosen Pembimbing Anggota : Yuni Retnaningtyas, S.Si., Apt., M.Si

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Validasi dan Penetapan Kadar Rhodamin B pada Lipstik yang Beredar di Sekitar Universitas Jember dengan Metode KLT-Densitometri” telah diuji dan disahkan oleh Fakultas Farmasi Universitas Jember pada:

hari, tanggal : Kamis, 30 Januari 2014
tempat : Fakultas Farmasi Universitas Jember

Tim Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama,

Dosen Pembimbing Anggota,

Nia Kristiningrum, S.Farm., Apt., M.Farm
NIP 198204062006042001

Yuni Retnaningtyas, S.Si., Apt., M.Si
NIP 197806092005012004

Tim Penguji

Penguji I,

Penguji II,

Lestyo Wulandari, S.Si., Apt., M.Farm
NIP 197604142002122001

Dian Agung P., S.Farm., Apt., M.Farm
NIP 198410082008121004

Mengesahkan

Dekan Fakultas Farmasi Universitas Jember,

Lestyo Wulandari, S.Si., Apt., M.Farm.
NIP 197604142002122001

RINGKASAN

Validasi dan Penetapan Kadar Rhodamin B pada Lipstik yang Beredar di Sekitar Universitas Jember dengan Metode KLT-Densitometri; Risa Wahyu Ananda; 092210101035: 55 halaman; Fakultas Farmasi Universitas Jember.

Kosmetika dikenal manusia sejak berabad-abad yang lalu. Pada jaman dahulu, tujuan penggunaan kosmetika adalah untuk mendapatkan penampilan kulit yang sehat. Kosmetika berdasarkan Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 445/Menkes/Per/V/1998 adalah sediaan atau paduan bahan yang siap digunakan pada bagian luar badan (epidermis, rambut, kuku, bibir dan organ kelamin luar), gigi dan rongga mulut untuk membersihkan, menambah daya tarik, mengubah penampilan, melindungi kulit supaya tetap dalam keadaan baik, memperbaiki bau badan tetapi tidak dimaksudkan untuk mengobati atau menyembuhkan suatu penyakit.

Salah satu contoh jenis kosmetika adalah kosmetika riasan bibir (lipstik). Berdasarkan UU no. 23 tahun 1992 tentang kesehatan, disebutkan bahwa pendistribusian atau penyaluran kosmetika yang akan beredar di masyarakat harus memiliki surat ijin edar. Akan tetapi, Yayasan Pemberdayaan Konsumen Kesehatan (YPKK) menyebutkan bahwa, kosmetika yang beredar di pasaran masih banyak yang tidak memiliki ijin produksi. Selain itu, investigasi BPOM pada kosmetika yang tidak memiliki ijin produksi ditemukan adanya pewarna sintetik yang dilarang yakni rhodamin B.

Rhodamin B merupakan pewarna sintetik yang banyak digunakan dalam industri cat, tekstil dan kertas. Rhodamin B merupakan zat warna yang berbentuk serbuk kristal, berwarna merah keunguan dan dalam bentuk larutan berwarna merah yang berpendar (berfluoresensi). Struktur kimia dari rhodamin B mengandung unsur N^+ (nitronium) yang bersifat karsinogenik sehingga memacu pertumbuhan sel-sel kanker dan menyebabkan terjadinya kanker hati serta tumor hati. Rhodamin B adalah salah satu pewarna sintetik yang tidak boleh dipergunakan untuk kosmetika. Fungsi

rhodamin B umumnya sebagai pewarna kertas dan tekstil. Apabila dipergunakan sebagai pewarna kosmetika, dapat menimbulkan iritasi pada kulit. Jika terkena mata dapat menimbulkan iritasi pada mata, seperti mata kemerahan.

Validasi dan penetapan kadar rhodamin B dengan menggunakan metode KLT-Densitometri, dilakukan pada sampel lipstik batangan yang *disampling* secara *purposive* yang dijual di sekitar Universitas Jember. Sampel lipstik yang digunakan di ekstraksi dengan menggunakan etanol 70% dengan lama pencampuran selama 2 menit. Fase gerak yang digunakan adalah komposisi etil asetat p.a : metanol p.a : amoniak p.a (15 : 3 : 3) (v/v/v) dan menggunakan lempeng silika gel GF 254 dengan panjang gelombang analisis 554 nm.

Metode KLT-Densitometri untuk penetapan kadar rhodamin B dalam sampel harus memenuhi persyaratan uji validasi antara lain; uji spesifisitas, linieritas, batas deteksi, batas kuantisasi, presisi dan akurasi. Berdasarkan penelitian didapatkan hasil uji spesifisitas didapatkan spektra yang identik dan memiliki tingkat kemurnian yang tinggi antara analit dalam sampel dengan standar, uji linieritas didapatkan nilai (koefisien korelasi (r) 0,9965, nilai (V_{xo}) 4,352 %, dan nilai (X_p) 4,42 ng, uji batas deteksi dan batas kuantisasi didapatkan 0,558 ng dan 1,86 ng, selanjutnya uji presisi yang meliputi *repeatability precision* dan *intermediate precision*, hasil yang didapatkan sebesar RSD 6,57 % dan tahap terakhir yakni akurasi, dihasilkan % *recovery* dan nilai RSD 97,74 % \pm 2,54 %.

Penetapan kadar rhodamin B pada lipstik yang *disampling* secara *purposive* didapatkan hasil, tidak satupun sampel mengandung rhodamin B. Berdasarkan tahap-tahap penelitian, mulai dari optimasi kondisi analisis optimum, uji validasi metode analisis dan penetapan kadar rhodamin B pada sampel lipstik yang dijual di sekitar Universitas Jember diketahui bahwa, semua data yang dihasilkan pada uji parameter validasi telah memenuhi persyaratan yang telah ditetapkan, sehingga metode yang dikembangkan ini dapat dinyatakan valid dan memberikan hasil yang benar untuk analisis rhodamin B dalam sampel lipstik.

PRAKATA

Puji syukur kehadiran Allah SWT atas segala rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini yang berjudul: “Validasi dan Penetapan Kadar Rhodamin B dalam Sampel Lipstik yang Beredar di Sekitar Universitas Jember”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat untuk menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada Fakultas Farmasi Universitas Jember.

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak, oleh karena itu penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih kepada :

1. Ibu Lesty Wulandari, S.Si., Apt., M.Farm selaku Dekan Fakultas Farmasi Universitas Jember;
2. Ibu Nia Kristiningrum, S.Farm.,Apt.,M.Farm., selaku Dosen Pembimbing Utama dan Ibu Yuni Retnaningtyas, S.Si., Apt.,M.Si., selaku Dosen Pembimbing Anggota atas waktu, pikiran, kesabaran dan perhatiannya dalam membimbing dan memberi petunjuk sehingga terselesaikannya penulisan skripsi ini;
3. Ibu Lesty Wulandari, S.Si., Apt., M.Farm. dan Bapak Dian Agung Pangaribowo, S.Farm., Apt., M.Farm. sebagai dosen penguji yang banyak memberikan kritik, saran dan masukan yang membangun dalam penulisan skripsi ini;
4. Bapak Drs. Wiratmo, Apt. selaku Dosen Pembimbing Akademik, terima kasih atas kesabaran dalam mengarahkan dan membimbing penulis selama menempuh studi;
5. Seluruh Dosen Fakultas Farmasi Universitas Jember yang telah memberikan ilmu, bimbingan, saran dan kritik kepada penulis;
6. Orang tuaku tercinta, Ibu Sri Sejati., S.Pd. serta Ayah tercinta Darminto, terima kasih atas kasih sayang, perhatian, dukungan, materi, motivasi serta ketulusan doa yang terus mengalir serta segala pengorbanan selama ini;

7. Saudaraku tercinta Rida Yuanita Ananda yang telah memberikan motivasi serta do'anya hingga terselesaikan skripsi ini;
8. Krisdianto yang ada dalam hidup saya, yang memberikan dorongan, semangat serta perhatian demi terselesaikannya skripsi ini dan terima kasih untuk tetap selalu ingat *where there is a great love, there are always great miracles*;
9. Bu Widi dan Mbak Anggra selaku teknisi Laboratorium Biologi serta Bu Wayan dan Mbak Hani selaku teknisi di Laboratorium Kimia Farmasi atas dukungan semangat dan bantuan selama penulis menyelesaikan penelitian;
10. Partner kerja terbaikku, Istiqomah Balya terima kasih atas semangat, dukungan, pengalaman dan kenangan tak terlupakan dalam menyelesaikan skripsi ini;
11. Sahabat-sahabatku tersayang, Anugerah Agung Firmandi dan Oky Christi E., terima kasih untuk selalu mendengar suaraku dan selalu ada di sisiku;
12. Keluarga kosan C59 serta teman KKT, Redha, Anin dan Adamterima kasih karena telah menjadi bagian keluarga kecilku;
13. Teman-teman seperjuangan Istiqomah Balya, Oky, Rifky, Diar terima kasih atas bantuan dan support untukku selama pengerjaan skripsi serta keluarga besar The Niners (Farmasi 2009), yang tidak dapat disebutkan satu per satu terima kasih atas persaudaraan, dan doa kalian;
14. Guru-guruku yang terhormat mulai TK, SD, SMP, SMA hingga perguruan tinggi;
15. Semua pihak yang terlibat baik secara langsung maupun tidak langsung memberikan bantuan dan dukungan dalam penyelesaian skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna sehingga saran dan kritik dari semua pihak diterima dengan senang hati demi kesempurnaan penulisan skripsi ini. Penulis berharap, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi kita semua. Amin.

Jember, Januari 2014

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	ii
HALAMAN PERSEMBAHAN	iii
HALAMAN MOTTO	iv
HALAMAN PERNYATAAN.....	v
HALAMAN PEMBIMBINGAN.....	vi
HALAMAN PENGESAHAN.....	vii
RINGKASAN	viii
PRAKATA	x
DAFTAR ISI.....	xii
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR TABEL	xvi
DAFTAR RUMUS	xvii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xviii
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Manfaat Penelitian	4
1.5 Batasan Masalah	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Kosmetika	5
2.1.1 Distribusi dan Penjualan Kosmetika	6
2.2 Kosmetika Rias Bibir (Lipstik)	7
2.2.1 Persyaratan Lipstik	7
2.2.2 Komposisi Lipstik	8

2.3 Pewarna Lipstik (<i>colouring agent</i>)	8
2.4 Rhodamin B	10
2.4.1 Sifat Fisika Kimia Rhodamin B	11
2.4.2 Toksisitas Rhodamin B	12
2.5 Metode Sampling	13
2.6 Kromatografi Lapis Tipis (KLT)	15
2.6.1 Fase Diam KLT	16
2.6.2 Fase Gerak KLT	17
2.6.3 Elusi (Pengembangan)	18
2.6.4 Analisis Kualitatif dengan KLT	19
2.6.5 Analisis Kuantitatif dengan KLT	19
2.6.6 Efisiensi Kromatogram	20
2.7 Optimasi Kondisi Analisis	22
2.8 Densitometri	22
2.9 Validasi Metode Analisis	23
2.9.1 Spesifisitas	24
2.9.2 Linieritas dan Rentang	24
2.9.3 Batas Deteksi (BD) dan Batas Kuantisasi (BK)	25
2.9.4 Presisi (Keseksamaan)	27
2.9.5 Akurasi (Kecermatan)	28
2.10 Penetapan Kadar Rhodamin B dalam Lipstik	30
BAB 3. METODE PENELITIAN	32
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	32
3.2 Diagram Alur Penelitian	32
3.3 Alat dan Bahan Penelitian	33
3.3.1 Alat Penelitian	33
3.3.2 Bahan Penelitian	33
3.4 Metode Sampling	33
3.5 Optimasi Kondisi Analisis	33

3.5.1 Optimasi Pelarut	33
3.5.2 Optimasi Eluen / Fase Gerak	34
3.5.3 Optimasi Konsentrasi Uji	34
3.5.4 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum	35
3.6 Validasi Metode Analisis	35
3.6.1 Spesifisitas	35
3.6.2 Linieritas	36
3.6.3 Batas Deteksi (BD) dan Batas Kuantisasi (BK)	37
3.6.4 Presisi	38
3.6.5 Akurasi	39
3.7 Penetapan Kadar Rhodamin B dalam Sampel Lipstik	40
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN	41
4.1 Optimasi Kondisi Analisis	41
4.1.1 Optimasi Pelarut	41
4.1.2 Optimasi Eluen / Fase Gerak	43
4.1.3 Optimasi Konsentrasi Uji	44
4.1.4 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum	45
4.2 Validasi Metode Analisis	46
4.2.1 Spesifisitas	46
4.2.2 Linieritas	48
4.2.3 Batas Deteksi (BD) dan Batas Kuantisasi (BK)	50
4.2.4 Presisi	51
4.2.5 Akurasi	52
4.3 Penetapan Kadar Rhodamin B dalam Sampel Lipstik	53
BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN	55
DAFTAR PUSTAKA	56
LAMPIRAN	60

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Struktur Kimia Senyawa Rhodamin B	11
2.2 Proses Eluasi Lempeng	19
2.3 Alat Densitometer	23
3.1 Diagram Alur Penelitian Rhodamin B dalam Lipstik secara KLT-Densitometri	32
4.1 Hasil Optimasi Pelarut	42
4.2 Spektra rhodamin B pada panjang gelombang 400–800 nm	45
4.3 Spektra standar dan sampel mengandung rhodamin B	47
4.4 Hasil Uji Linieritas	49
4.5 Hasil Uji Batas Deteksi dan Batas Kuantisasi	51

DAFTAR TABEL

	Halaman
2.1 Zat Warna Sintetis yang Diijinkan Menurut Peraturan Menteri Kesehatan RI no. 445/Menkes/Per/v/1998	10
2.2 Zat warna sintetis yang dilarang menurut Peraturan Menteri Kesehatan RI no. 445/Menkes/Per/v/1998.....	10
2.3 Macam- Macam Fase Diam	17
2.4 Kriteria Penerimaan Studi Akurasi dan Presisi untuk Konsentrasi Analit yang Berbeda	30
4.1 Hasil Pengamatan Kelarutan Rhodamin B dengan Beberapa Pelarut Secara Visual	42
4.2 Hasil Optimasi Eluen / Fase Gerak	43
4.3 Hasil Optimasi Konsentrasi Uji.....	44
4.4 Hasil Optimasi Kondisi Analisis yang Paling Optimum	46
4.5 Hasil <i>Scanning</i> Uji Spesifisitas Rhodamin B	47
4.6 Hasil Uji Linieritas	49
4.7 Hasil Uji Batas Deteksi dan Batas Kuantisasi	50
4.8 Hasil Uji Parameter <i>Repeatability Precision</i>	52
4.9 Hasil Uji Parameter Validasi <i>Intermediate Precision</i>	52
4.10 Hasil Uji Akurasi	53
4.11 Penetapan Kadar Rhodamin B Dalam Sampel Lipstik Batangan	54

DAFTAR RUMUS

Halaman

2.1	Perhitungan Metode Slovin	14
2.2	Perhitungan Nilai Rf	19
2.3	Perhitungan Nilai Resolusi	20
2.4	Perhitungan Nilai Lempeng Teoritis (<i>Theoretical Plate Number/N</i>)	21
2.5	Nilai HETP (<i>Height Equivalent of Theoretical Plate</i>)	21
2.6	Perhitungan Matematik Simpangan Baku Residual	25
2.7	Standar Deviasi dari Fungsi.....	25
2.8	Koefisien variasi dari fungsi	25
2.9	Batas Deteksi dan Batas Kuantisasi	26
2.10	Batas Deteksi	27
2.11	Batas Kuantisasi	27
2.12	Perhitungan Nilai SD	28
2.13	Perhitungan Nilai RSD	28

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
A. Data Optimasi Pelarut	60
A.1 Hasil <i>scanning</i> Optimasi Pelarut	60
B. Data Optimasi Eluen / Fase Gerak	60
B.1. Etil Asetat p.a: Metanol p.a : Amoniak p.a (v/v/v) (75:30:15)	61
B.2. Etil Asetat p.a : Etanol p.a : Amoniak 9 % (v/v/v) (15:3:3)	61
B.3. Etil Asetat p.a : Metanol p.a : Amoniak p.a (v/v/v) (15:3:3)	62
B.4. Etil Asetat : Metanol : Amoniak 9 % (v/v/v) (15:3:3)	63
C. Data Penentuan Panjang Gelombang	63
D. Data Optimasi Konsentrasi Uji	64
E. Data Optimasi Selektifitas	64
F. Data Linieritas.....	65
G. Data Batas Deteksi (BD) dan Batas Kuantisasi (BK).....	66
H. Data Presisi	68
H.1 Hasil uji presisi senyawa rhodamin B hari ke-1.....	68
H.2 Hasil uji presisi senyawa rhodamin B hari ke-2.....	68
H.3 Hasil uji presisi senyawa rhodamin B hari ke-3.....	69
H.4 Hasil uji <i>intermediate precision</i> senyawa rhodamin B	69
I. Data Akurasi	70
I.1 Perhitungan massa rhodamin B teoritis	70
I.2 Perhitungan massa rhodamin B hasil percobaan	70
I.3 Hasil uji akurasi senyawa rhodamin B	71
J. Data Hasil Penetapan Kadar rhodamin B dalam sampel Lipstik	71