

RINGKASAN

OPTIMASI DAN VALIDASI METODE ANALISIS SEDIAAN KRIM TRETINOIN 0,05% DENGAN METODE KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI

HARIE RELANDI SAPUTRA

Pasar industri kosmetik di Indonesia sedang mengalami peningkatan. Berdasarkan data kementerian perindustrian Republik Indonesia terjadi peningkatan penjualan kosmetik pada tahun 2012 sebesar 14% menjadi Rp 9,76 triliun dari sebelumnya Rp 8,5 triliun. Menurut BPOM untuk persyaratan teknis bahan kosmetika diatur dalam Peraturan Menteri Kesehatan Nomor 1176/Menkes/Per/VIII/2010 Tahun 2010 tentang Notifikasi Kosmetika bahwa bahan kosmetika harus memenuhi persyaratan mutu sebagaimana tercantum dalam Kodeks Kosmetika Indonesia atau standar lain yang diakui atau sesuai ketentuan peraturan perundang-undangan. Dengan terus meningkatnya permintaan produk kosmetik, pengembangan analisis produk kosmetik khususnya produk krim wajah sangat diperlukan untuk menjamin keamanan dan mutu produk tersebut.

Tretinoin adalah derivat dari asam vitamin A yang digunakan untuk terapi pada berbagai macam *acne*, seperti *acne conglobata* dan *acne cystic*, yang merupakan jenis paling resisten daripada jenis *acne* yang lain. Tretinoin termasuk dalam agen komedolitik yang berguna meningkatkan pergantian sel pada dinding folikel, mengurangi gaya kohesifitas sel yang menyebabkan pengusiran terhadap komedo jauh lebih mudah, dan mencegah terbentuknya kembali komedo baru (Wells, 2009). Tretinoin relatif sensitif terhadap panas, teroksidasi selama penyimpanan dan dibutuhkan kuantifikasi yang tepat dan akurat dalam pengendalian kualitas produk jadi (Kril MB *et al*, 1990).

Dalam melakukan analisis krim tretinoin, penelitian dilakukan dengan menggunakan instrument kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT). Sebelum melakukan validasi metode terlebih dahulu dilakukan optimasi. Optimasi bertujuan untuk mendapatkan hasil yang maksimal dengan tingkat selektifitas dan sensitivitas yang tinggi, gangguan sedikit mungkin dan nilai akurasi serta nilai presisi yang tinggi. Adapun parameter validasi yang diuji antara lain adalah spesifisitas, akurasi, presisi, linearitas, robustness.

Tujuan penelitian ini adalah memperoleh kondisi optimum untuk analisis sediaan krim tretinoin 0,05% dengan menggunakan kromatografi cair

kinerja tinggi dan memperoleh data validasi dengan parameter spesifisitas, linearitas, presisi, akurasi, *robustness*.

Kondisi optimum dapat dicapai melalui optimasi fase gerak, fase diam, packing kolom, temperatur, dan laju alir. Dalam penelitian ini diadopsi metode analisis dari Asean dengan melakukan perubahan pada panjang kolom, komposisi fase gerak, dan laju alir, yang selanjutnya akan dilakukan validasi metode untuk krim tretinoin. Kondisi optimum diperoleh dengan komposisi fase gerak menggunakan kolom zorbax eclipse plus C₁₈ metanol : air : asam asetat 90 : 10 : 0,5 dengan laju alir 1,5 mL/menit dan panjang gelombang 353 nm. Pada kondisi tersebut *retention time* diperoleh lebih cepat dari pada kondisi yang lain sehingga lebih efisien, menghemat waktu analisis, meningkatkan jumlah analisis sampel, dan menghemat biaya dari industri. Hasil data dari optimasi juga telah memenuhi syarat dari USP 36 yang mempersyaratkan *theoretical plate* > 2000, *tailing factor* ≤ 2.0. kondisi optimum yang diperoleh kemudian dilakukan validasi metode KCKT dengan parameter spesifisitas, akurasi, presisi, linearitas, dan *robustness*.

Hasil dari uji spesifisitas menunjukkan tidak adanya pengganggu dari peak lain apabila dilakukan ovelay antara blanko dengan sampel tretinoin, sehingga dapat disimpulkan metode ini dapat digunakan dalam menganalisis tretinoin secara spesifik.

Dari hasil uji linieritas ini didapatkan area pada kromatogram, kemudian dibuat kurva kalibrasi sehingga diperoleh persamaan regresi $y = 113,24212x - 20,89970$ dengan r hitung = 0,99990. Berdasarkan hasil data diatas, uji linieritas didapatkan harga koefisien korelasi (r) pada percobaan 0,998 hal ini menunjukkan bahwa ada hubungan linier antara area dan masing-masing konsentrasi pada rentang 10 ppm sampai 30 ppm.

Tahap validasi selanjutnya adalah penentuan akurasi. Pada penelitian ini diperoleh harga rata-rata persen perolehan kembali sebesar 98,10% dan dengan harga RSD 1,94%. Kriteria penerimaan akurasi dengan kadar 0,1% menurut (AOAC 2002) yaitu, harga rata-rata % *recovery* antara 90% - 108%.

Hasil uji presisi didapatkan hasil harga RSD 0,872%. Kriteria penerimaan presisi harga RSD area dari ketiga senyawa pada ketiga konsentrasi tersebut sesuai persyaratan presisi yaitu: ≤ 2%..

Uji *robustness* dilakukan dengan melakukan perubahan kondisi komposisi fase gerak, laju alir, dan kolom. Hasil uji *robustness* menunjukkan bahwa sedikit perubahan pada kondisi analisis masih memberikan hasil yang memenuhi persyaratan dari USP XXXVI.

Dari hasil validasi metode analisis yang telah dilakukan, dapat diambil kesimpulan bahwa pada kondisi dengan komposisi fase gerak metanol : air : asam asetat (90 : 10 : 0,5), kecepatan alir 1,5 mL/menit, panjang

gelombang 353 nm menggunakan kolom zorbax eclipse plus C₁₈ dapat digunakan untuk analisis kuantitatif krim tretinoin. Hasil ini diharapkan dapat dimanfaatkan oleh industri farmasi yang untuk menganalisis sediaan krim tretinoin dan dapat digunakan sebagai bagian dari uji kontrol kualitas.

