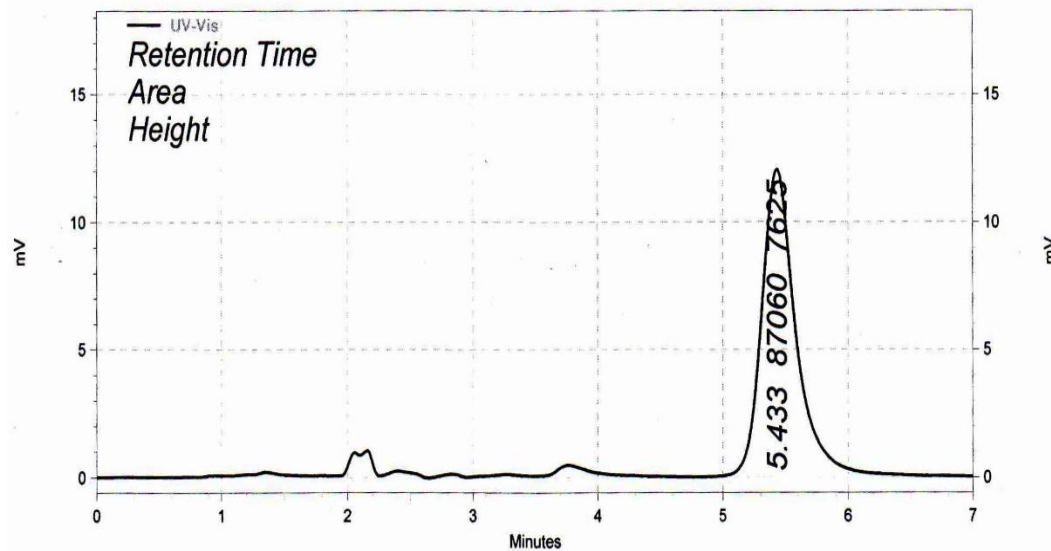
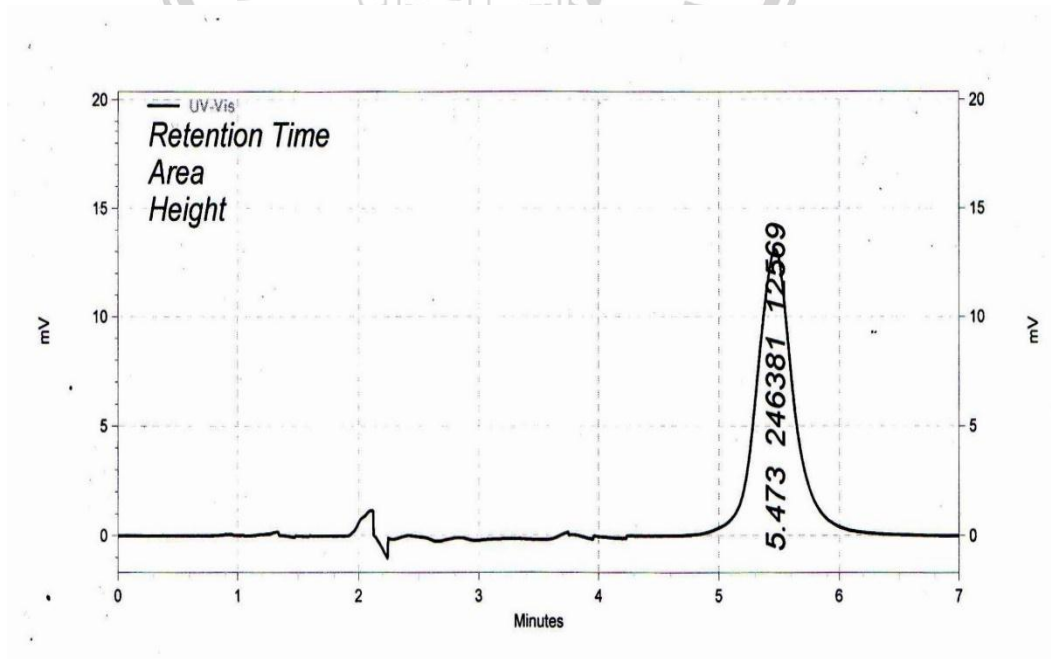
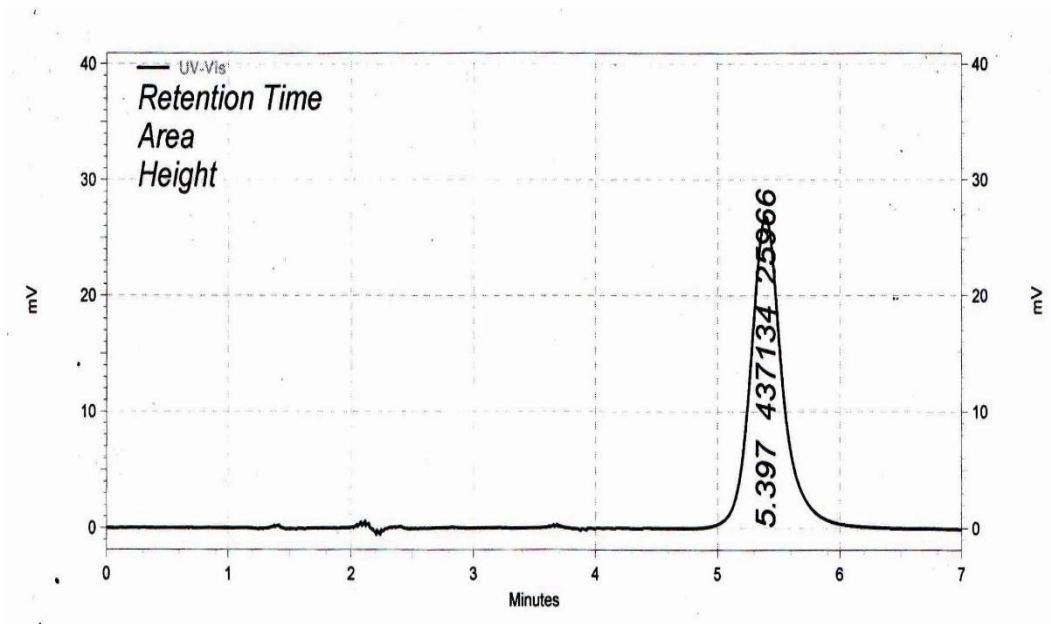
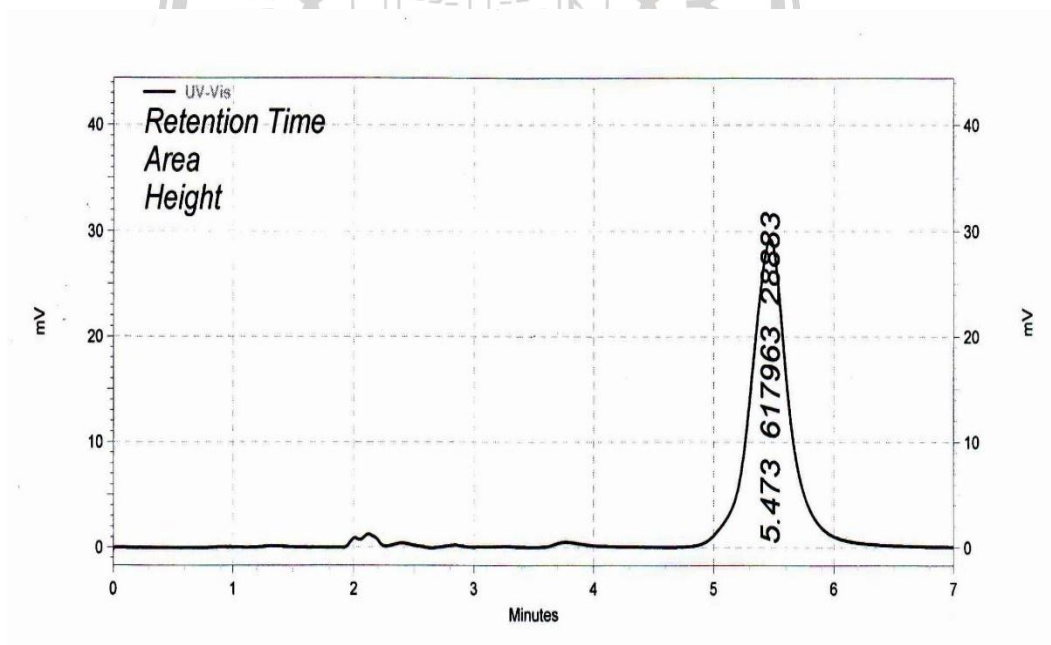


Lampiran 1. Kromatogram Larutan Baku Asam Retinoata. Larutan baku asam retinoat 1 $\mu\text{g/mL}$ b. Larutan baku asam retinoat 2 $\mu\text{g/mL}$ 

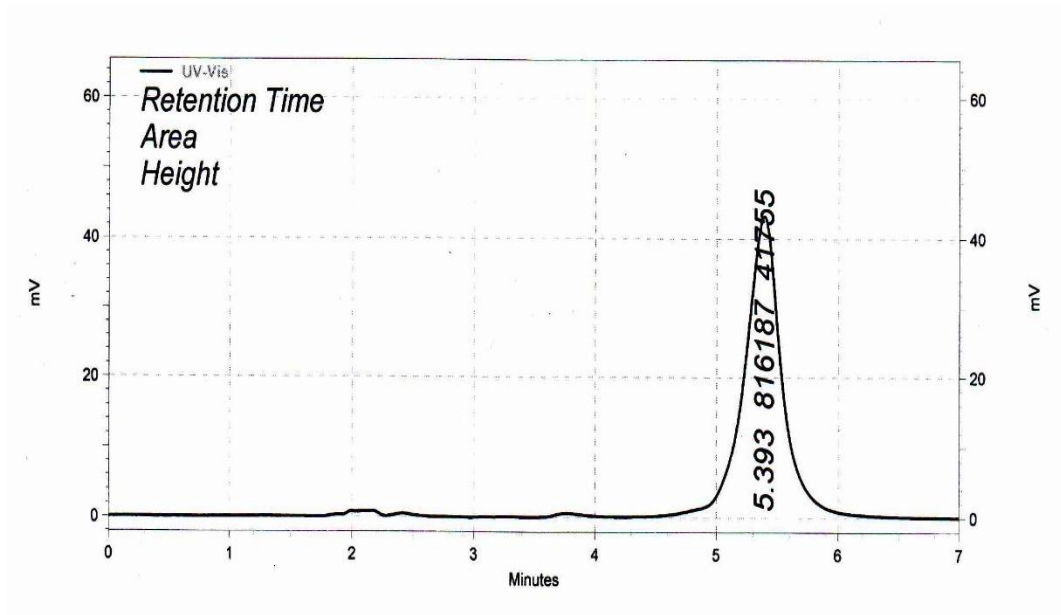
c. Larutan baku asam retinoat 3 $\mu\text{g/mL}$



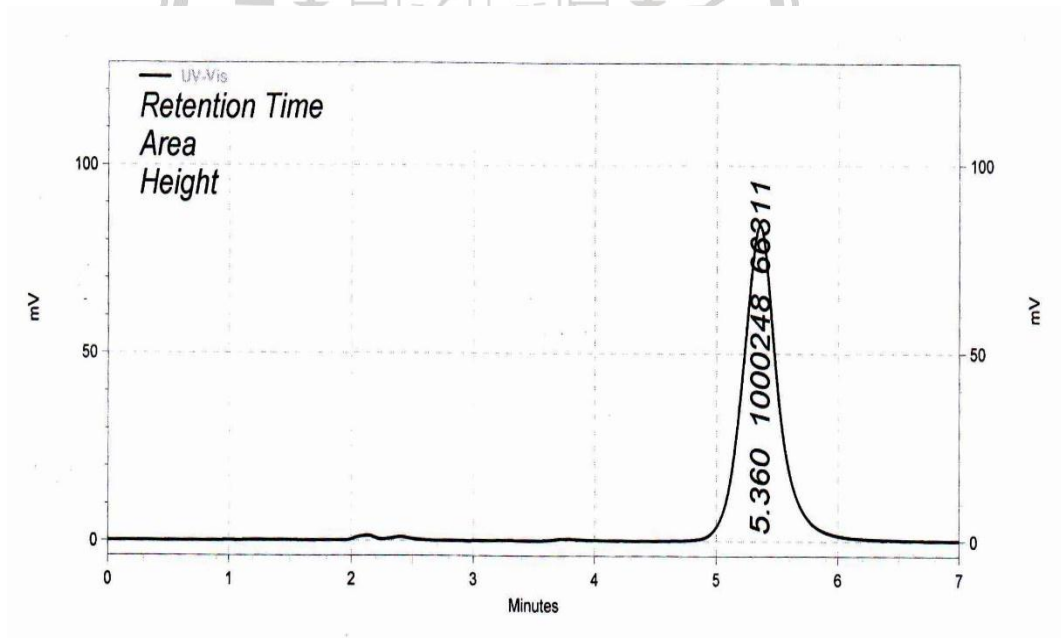
d. Larutan baku asam retinoat 4 $\mu\text{g/mL}$



e. Larutan baku asam retinoat 5 $\mu\text{g}/\text{mL}$

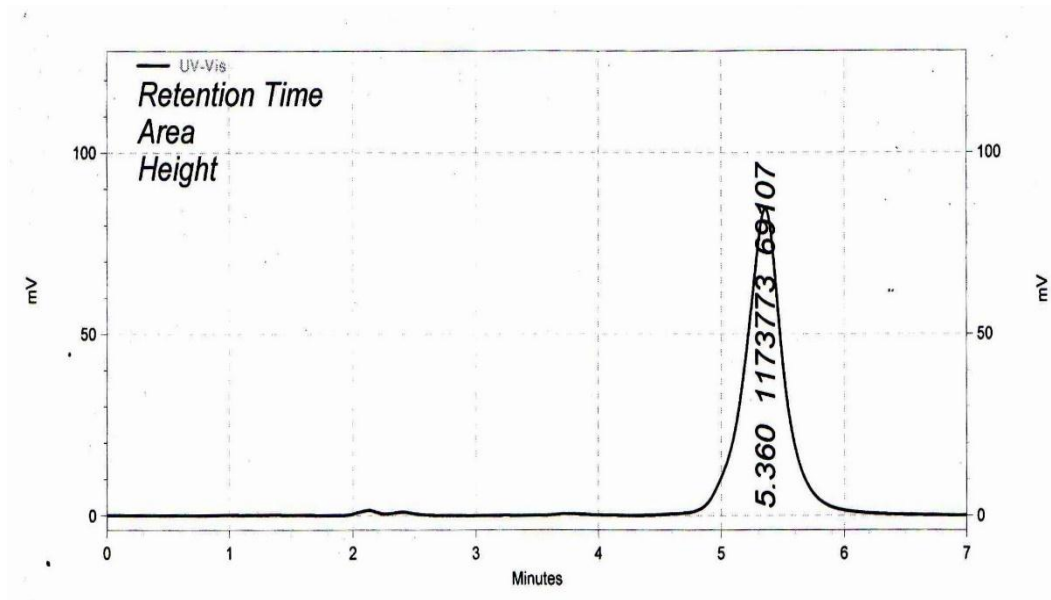


f. Larutan baku asam retinoat 6 $\mu\text{g}/\text{mL}$

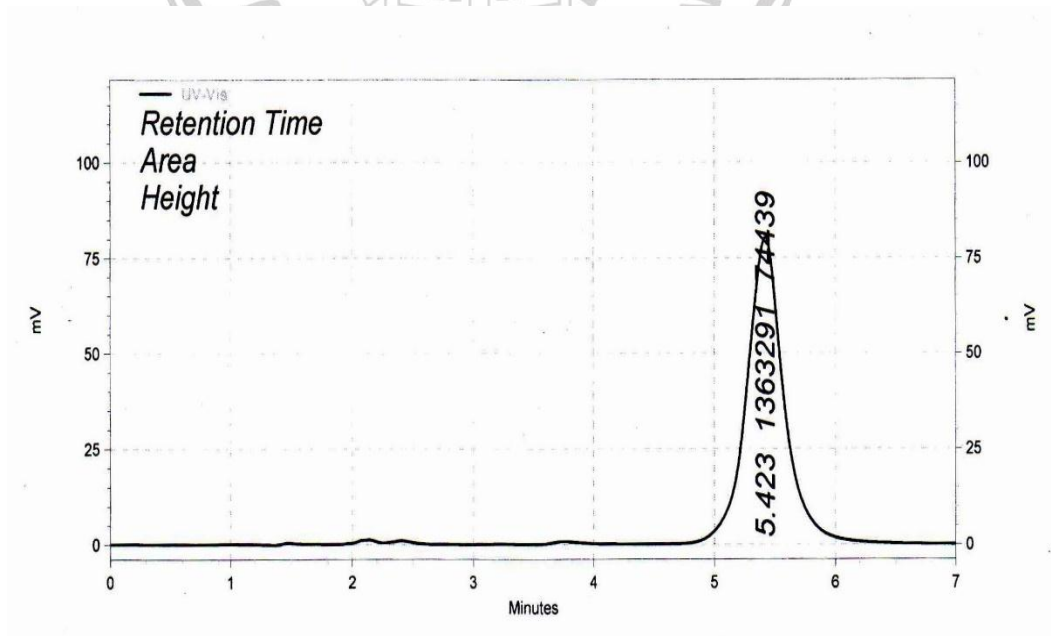


Lampiran 2. Contoh Kromatogram Akurasi Asam Retinoat Sampel A

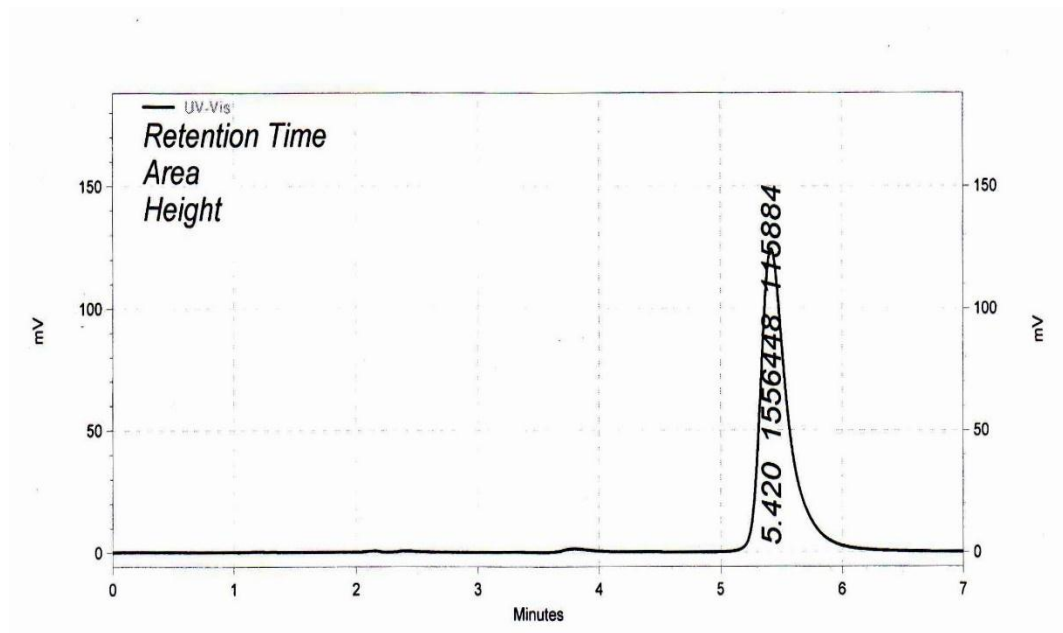
a. Akurasi 80%



b. Akurasi 100%



c. Akurasi 120%



Lampiran 3. Contoh Perhitungan Perolehan Kembali Asam Retinoat Sampel A dengan Metode *Standard Addition Method*

1. Perolehan kembali pada sampel yang ditambah baku sejumlah 80% dari target kadar analit dalam sampel

a) Konsentrasi sampel sebelum penambahan bahan baku (B)

1) Luas puncak asam retinoat = 617963

2) Kadar asam retinoat berdasarkan persamaan garis $Y = 184462,48X - 111456,53$ adalah 3,954 $\mu\text{g/mL}$

b) Konsentrasi bahan baku yang ditambahkan (C)

1) Luas puncak asam retinoat = 443134

2) Kadar asam retinoat berdasarkan persamaan garis $Y = 184462,48X - 111456,53$ adalah 3,007 $\mu\text{g/mL}$

c) Konsentrasi sampel yang diperoleh setelah penambahan bahan baku (A)

1) Luas puncak total analit 1 = 1173733

Luas puncak total analit 2 = 1171572

Luas puncak total analit 3 = 1171369

2) Berdasarkan persamaan garis $Y = 184462,48X - 111456,53$ maka :

Kadar total analit 1 = 6,967 $\mu\text{g/mL}$

Kadar total analit 2 = 6,955 $\mu\text{g/mL}$

Kadar total analit 3 = 6,954 $\mu\text{g/mL}$

2. Perhitungan perolehan kembali

$$\% \text{ perolehan kembali} = \frac{A - B}{C} \times 100 \%$$

a. Analit 1

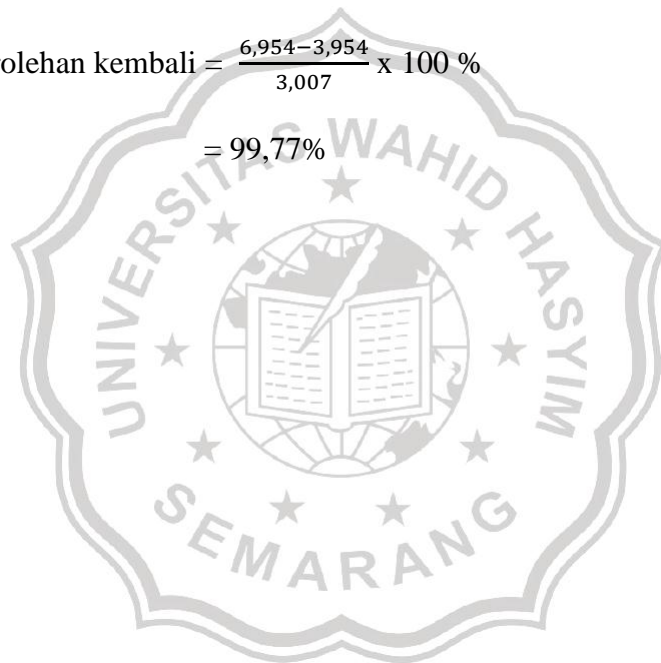
$$\begin{aligned}\% \text{ perolehan kembali} &= \frac{6,967-3,954}{3,007} \times 100 \% \\ &= 100,20\%\end{aligned}$$

b. Analit 2

$$\begin{aligned}\% \text{ perolehan kembali} &= \frac{6,955-3,954}{3,007} \times 100 \% \\ &= 99,80\%\end{aligned}$$

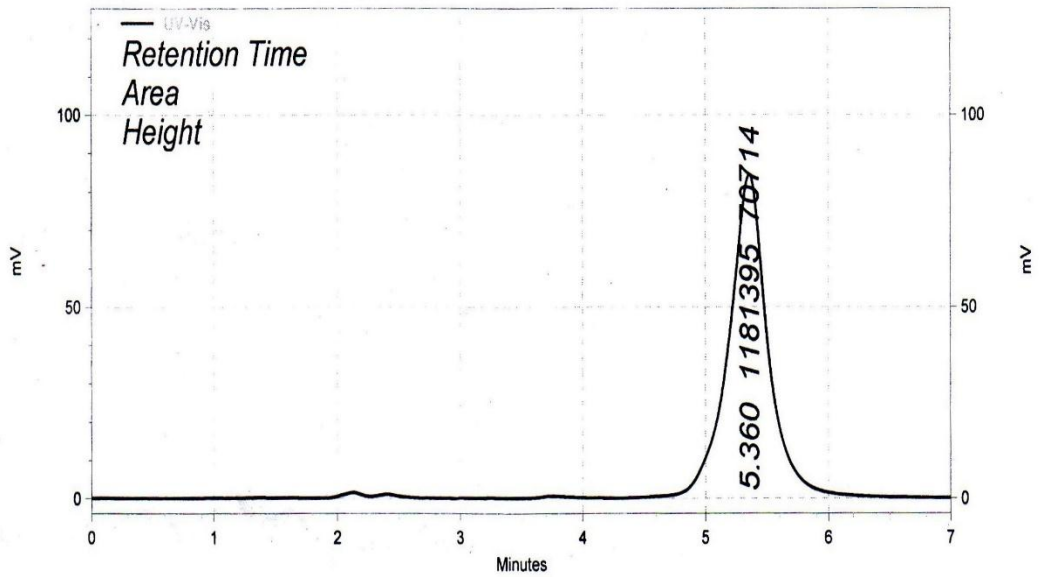
c. Analit 3

$$\begin{aligned}\% \text{ perolehan kembali} &= \frac{6,954-3,954}{3,007} \times 100 \% \\ &= 99,77\%\end{aligned}$$

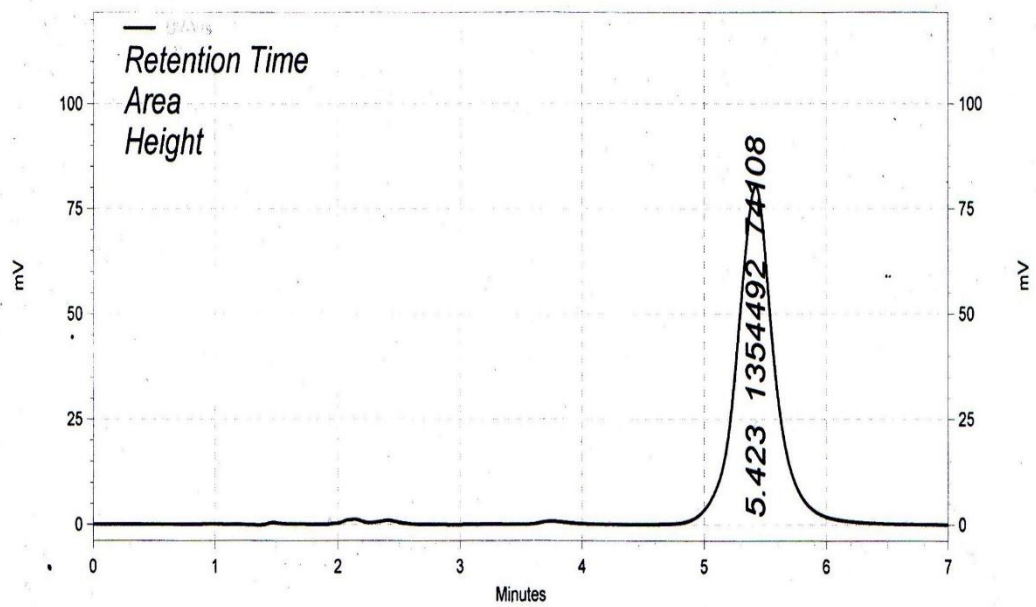


Lampiran 4. Contoh Kromatogram Akurasi Asam Retinoat Sampel B

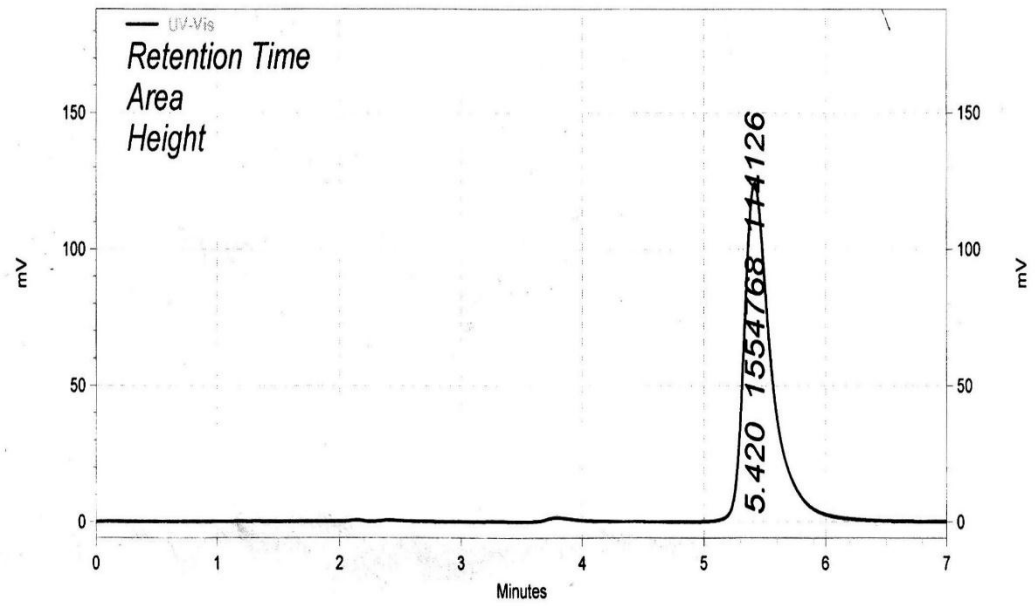
a. Akurasi 80%



b. Akurasi 100%



c. Akurasi 120%



Lampiran 5. Contoh Perhitungan Perolehan Kembali Asam Retinoat Sampel B dengan Metode *Standard Addition Method*

1. Perolehan kembali pada sampel yang ditambah baku sejumlah 80% dari target kadar analit dalam sampel

a) Konsentrasi sampel sebelum penambahan bahan baku (B)

1) Luas puncak asam retinoat = 617963

2) Kadar asam retinoat berdasarkan persamaan garis $Y = 184462,48X - 111456,53$ adalah 3,954 $\mu\text{g/mL}$

b) Konsentrasi bahan baku yang ditambahkan (C)

1) Luas puncak asam retinoat = 443134

2) Kadar asam retinoat berdasarkan persamaan garis $Y = 184462,48X - 111456,53$ adalah 3,007 $\mu\text{g/mL}$

c) Konsentrasi sampel yang diperoleh setelah penambahan bahan baku (A)

1) Luas puncak total analit 1 = 1181395

Luas puncak total analit 2 = 1180572

Luas puncak total analit 3 = 1179469

2) Berdasarkan persamaan garis $Y = 184462,48X - 111456,53$ maka :

Kadar total analit 1 = 7,009 $\mu\text{g/mL}$

Kadar total analit 2 = 7,004 $\mu\text{g/mL}$

Kadar total analit 3 = 6,998 $\mu\text{g/mL}$

2. Perhitungan perolehan kembali

$$\% \text{ perolehan kembali} = \frac{A - B}{C} \times 100 \%$$

a. Analit 1

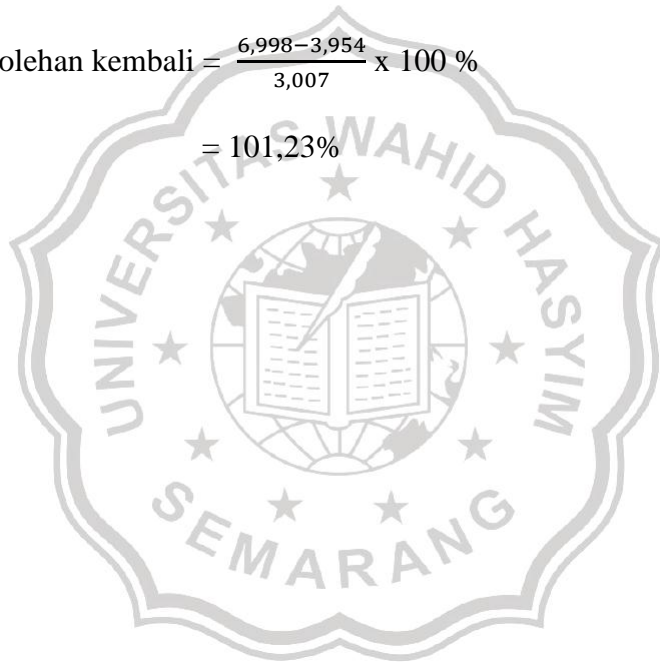
$$\begin{aligned}\% \text{ perolehan kembali} &= \frac{7,009-3,954}{3,007} \times 100 \% \\ &= 101,60\%\end{aligned}$$

b. Analit 2

$$\begin{aligned}\% \text{ perolehan kembali} &= \frac{7,004-3,954}{3,007} \times 100 \% \\ &= 101,43\%\end{aligned}$$

c. Analit 3

$$\begin{aligned}\% \text{ perolehan kembali} &= \frac{6,998-3,954}{3,007} \times 100 \% \\ &= 101,23\%\end{aligned}$$



Lampiran 6. Perhitungan LOD dan LOQ Asam Retinoat

X	χ_i^2	$\chi_i - \bar{\chi}$	$(\chi_i - \bar{\chi})^2$	Y_i	Y_c	$(Y_i - Y_c)$	$(Y_i - Y_c)^2$
1	1	-2,5	6,25	87060	73005,9	14054,05	197516321,4
2	4	-1,5	2,25	246381	257468,4	-11087,4	122931104
3	9	-0,5	0,25	437134	441930,9	-4796,91	23010345,55
4	16	0,5	0,25	617963	626393,4	-8430,39	71071475,55
5	25	1,5	2,25	816187	810855,9	5331,13	28420947,08
6	36	2,5	6,25	1000248	995318,4	4929,65	24301449,12
$\bar{X} = 3,5$	$\sum 91$		$\sum 17,5$				$\sum 467251642,7$

Dari persamaan $Y = 184462,48X - 111456,53$ maka Y_c dapat dihitung :

1) $Y = 184462,48X - 111456,53$

$$Y = 184462,48 \cdot 1 - 111456,53$$

$$Y = 73005,9$$

2) $Y = 184462,48X - 111456,53$

$$Y = 184462,48 \cdot 2 - 111456,53$$

$$Y = 257468,4$$

3) $Y = 184462,48X - 111456,53$

$$Y = 184462,48 \cdot 3 - 111456,53$$

$$Y = 441930,9$$

4) $Y = 184462,48X - 111456,53$

$$Y = 184462,48 \cdot 4 - 111456,53$$

$$Y = 626393,4$$

5) $Y = 184462,48X - 111456,53$

$$Y = 184462,48 \cdot 5 - 111456,53$$

$$Y = 810855,9$$

$$6) Y = 184462,48X - 111456,53$$

$$Y = 184462,48 \cdot 6 - 111456,53$$

$$Y = 995318,4$$

Persamaan kurva baku : $Y = 184462,48X - 111456,53$ ($r = 0,9996$)

$$\begin{aligned} S_{y/x} &= \left(\frac{\sum(Y_i - Y_c)^2}{n-2} \right)^{1/2} \\ &= (467251642,7 : 4)^{1/2} \\ &= 10808 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} S_a &= S_{y/x} \sqrt{\frac{\sum X_i^2}{n \sum (X_i - X_{rata-rata})^2}} \\ &= 10808 \times \sqrt{\frac{91}{6 \times 17,5}} \\ &= 10808 \times 0,93 \\ &= 10061,7 \end{aligned}$$

Perhitungan nilai LOD :

Nilai Y pada batas deteksi ditentukan dengan persamaan $Y = Y_B + 3 S_B$

Y_B = nilai intersept (a) pada persamaan kurva kalibrasi

S_B = simpangan baku intersept (a) (S_a)

$$Y = -111456,53 + 3 (10061,7)$$

$$= -81271,43$$

$$Y = 184462,48X - 111456,53$$

$$-81271,43 = 184462,48X - 111456,53$$

$$\mathbf{LOD = X = 0,16 \mu\text{g/mL}}$$

Perhitungan nilai LOQ :

Nilai Y pada batas kuantifikasi ditentukan dengan persamaan $Y = Y_B + 10 S_B$

Y = nilai intersept (a) pada persamaan kurva kalibrasi

S_B = simpangan baku intersept (a) (S_a)

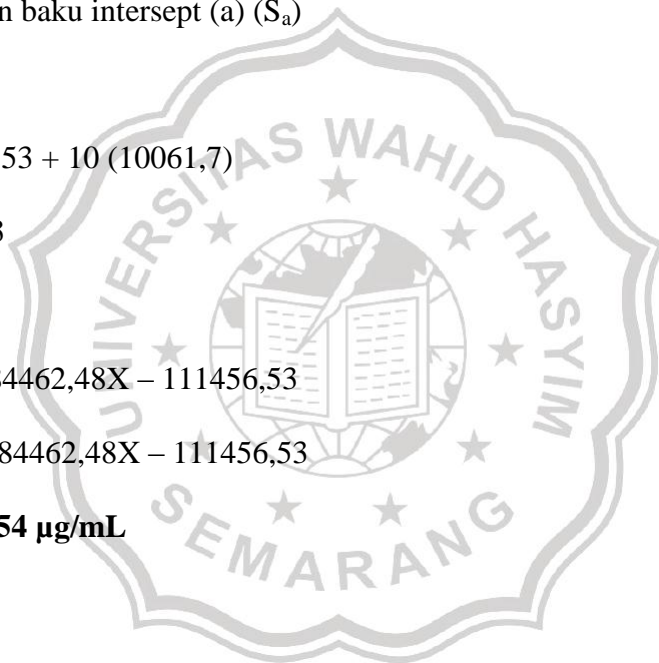
$$Y = -111456,53 + 10 (10061,7)$$

$$= -10839,53$$

$$Y = 184462,48X - 111456,53$$

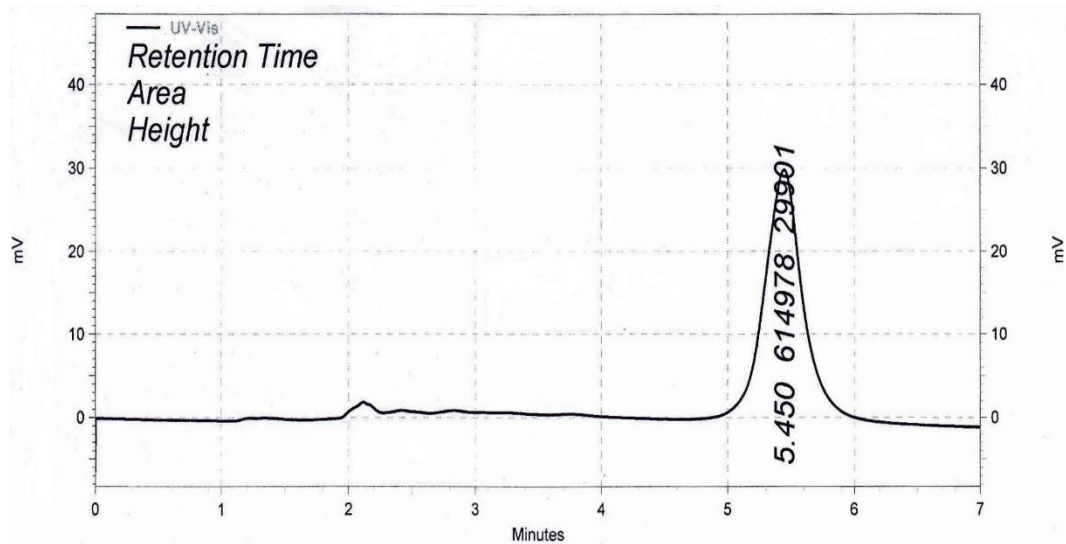
$$-10839,53 = 184462,48X - 111456,53$$

$$\mathbf{LOQ = X = 0,54 \mu\text{g/mL}}$$

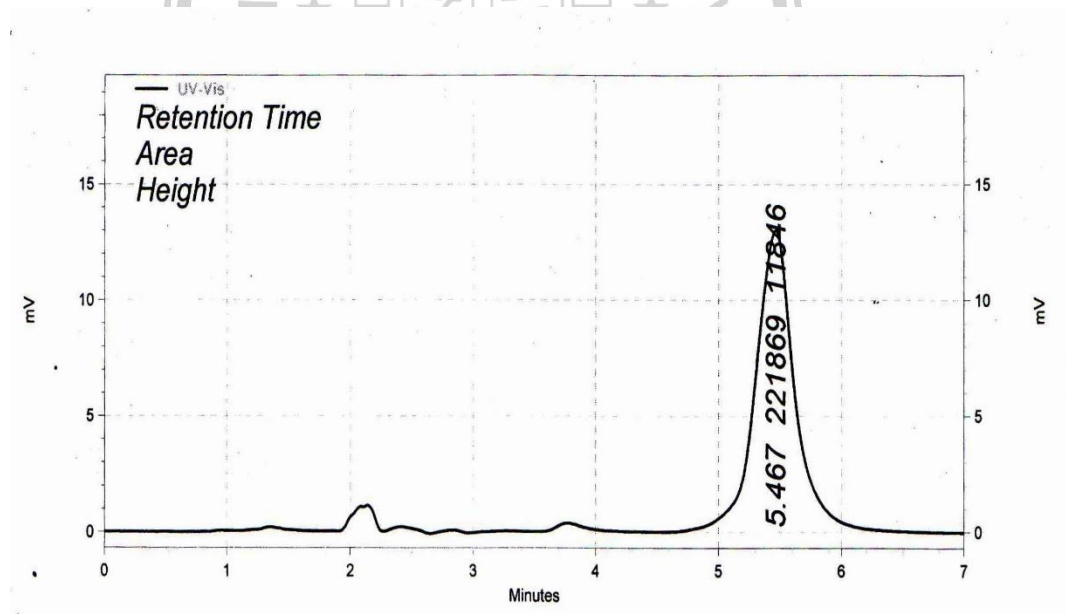


Lampiran 7. Contoh Kromatogram Sampel Asam Retinoat

a. Sampel A



b. Sampel B



Lampiran 8. Contoh Perhitungan Kadar Asam Retinoat Dalam Sediaan Krim Malam

Persamaan regresi linier kurva baku adalah

$$Y = bx + a$$

$$Y = 184462,48X - 111456,53$$

Sampel A

Replikasi I

$$Y = 184462,48X - 111456,53$$

$$614978 = 184462,48X - 111456,53$$

$$726434,53 = 184462,48X$$

$$X = 3,938 \mu\text{g/mL}$$

Faktor pengenceran 5x, sehingga kadar asam retinoat

$$X = 3,938 \mu\text{g/mL} \times 5$$

$$= 19,69 \mu\text{g/mL}$$

$$= 196,9 \mu\text{g}/10 \text{ mL}$$

$$= 196,9 \mu\text{g asam retinoat} / 1 \text{ gram sampel}$$

$$= 0,1969 \text{ mg} / 1 \text{ gram sampel}$$

$$= \frac{0,1969 \text{ mg}}{1000 \text{ mg}} \times 100\%$$

$$= \frac{0,1969}{10} \%$$

$$= 0,0197\%$$

Sampel B

Replikasi I

$$Y = 184462,48X - 111456,53$$

$$221869 = 184462,48X - 111456,53$$

$$333325,53 = 184462,48X$$

$$X = 1,807 \mu\text{g/mL}$$

Faktor pengenceran 10x, sehingga kadar asam retinoat

$$X = 1,807 \mu\text{g/mL} \times 10$$

$$= 18,07 \mu\text{g/mL}$$

$$= 180,7 \mu\text{g}/10 \text{ mL}$$

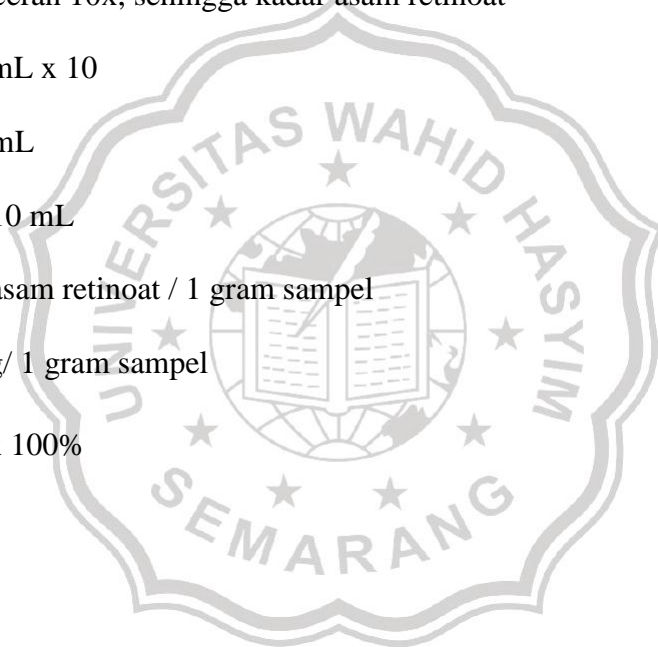
$$= 180,7 \mu\text{g asam retinoat} / 1 \text{ gram sampel}$$

$$= 0,1807 \text{ mg} / 1 \text{ gram sampel}$$

$$= \frac{0,1807 \text{ mg}}{1000 \text{ mg}} \times 100\%$$

$$= \frac{0,1807}{10} \%$$

$$= 0,0181\%$$



Lampiran 9. Surat Keterangan Penelitian

**UNIVERSITAS WAHID HASYIM**
FAKULTAS FARMASI
BAGIAN KIMIA FARMASI
Jl. Menoreh Tengah X / 22 Sampangan – Semarang 50236 Telp. (024) 8505680 – 8505681 fax. (024) 8505680

SURAT KETERANGAN
No. 07/Lab. Kimia Farmasi/ C.05/UWH/X/ 2016

Assalamu'alaikum Wr. Wb.

Yang bertanda tangan dibawah ini, Kepala Bagian Kimia Farmasi Fakultas Farmasi Universitas Wahid Hasyim Semarang menerangkan bahwa :

Nama : Nila Vuqohan
NIM : 125010887
Fak/ Univ/ Sekolah : Farmasi / Universitas Wahid Hasyim Semarang

Telah melakukan Penelitian Validasi menggunakan alat Spektrofotometer UV-Vis dan HPLC di Laboratorium Kimia Analisa, Fakultas Farmasi Universitas Wahid Hasyim Semarang, dengan judul penelitian :

“ Validasi Metode Penetapan Kadar Asam Retinoat Menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi Serta Aplikasinya dalam Sediaan Krim Malam”

Demikian surat keterangan ini dibuat untuk dipergunakan semestinya.

Wassalamu'alaikum Wr. Wb.

Semarang, Oktober 2016
Ka. Bag Kimia Farmasi


Mafiah Ulfah, M.Sc, Apt

Lampiran 10. Dokumentasi Hasil Penelitian



KCKT (Jasco PU-2080 plus)



Spektrofotometer UV-Vis



Sentrifugator



Vortex Mixer