

Validation of Analytical Method and Determination of Encapsulated Retinol Content Using UV Spectrophotometric Method

Validasi Metode Analisis dan Penetapan Kadar Encapsulated Retinol Dengan Metode Spektrofotometri UV

Dewi Aulia Istiqomah ^a, Ahmad Fauzi ^{a*}

^a Program Studi Farmasi, Fakultas Farmasi, Universitas Muhammadiyah Surakarta, Jawa Tengah, Indonesia.

*Corresponding Authors: af585@ums.ac.id

Abstract

Retinol is a widely used active anti-aging ingredient in cosmetic products, but it is unstable to light and oxidation. Encapsulation technology enhances its stability and reduces skin irritation, yet complicates its quantitative analysis. This study aims to validate a UV spectrophotometric method for determining the concentration of encapsulated retinol in BPOM-labeled commercial serum preparations. Validation was carried out for linearity, accuracy, intraday precision and interday precision, LOD, and LOQ according to AOAC (2002) and ICH Q2(R1) guidelines. Sample preparation involved sonication to release retinol from its encapsulating matrix prior to measurement. The maximum wavelength was observed at 325 nm using ethanol as solvent. The calibration curve yielded the equation $y = 0.139x + 0.0033$ with $R^2 = 0.998$, indicating excellent linearity. Recovery ranged from 92-105%, while precision showed %RSD < 2%, confirming high reproducibility. LOD and LOQ were 0.01 ppm and 0.03 ppm, respectively. Specificity evaluation demonstrated that both the standard and sample solution exhibited a maximum peak at 325 nm, whereas the blank serum matrixes showed a distinct peak at 280 nm with no absorbance at the analytical wavelength, confirming the selectivity of the method. Thus, the UV spectrophotometric method was validated and proven suitable for the routine quantification of free retinol released from encapsulated system in commercial skincare serums.

Keywords: Retinol, UV Spectrophotometry, Method Validation, Skincare Serum, Encapsulation.

Abstrak

Retinol merupakan bahan aktif *anti-aging* yang banyak digunakan dalam produk kosmetik, namun memiliki kelemahan berupa ketidakstabilan terhadap cahaya dan oksidasi. Penggunaan teknologi enkapsulasi mampu meningkatkan stabilitas dan menurunkan iritasi retinol pada kulit, tetapi membuat analisis kadarnya menjadi lebih kompleks. Penelitian ini bertujuan untuk memvalidasi metode spektrofotometri UV untuk penetapan kadar *encapsulated retinol* dalam sediaan serum komersial berlabel BPOM. Validasi dilakukan melalui pengujian linearitas, akurasi, presisi *intraday* dan presisi *interday*, LOD, dan LOQ sesuai pedoman AOAC (2002) dan ICH Q2(R1). Sampel dipreparasi menggunakan proses sonikasi untuk melepaskan retinol dari matriks enkapsulasinya sebelum pengukuran. Pengukuran dilakukan pada Panjang gelombang maksimum 325 nm dengan pelarut etanol. Kurva baku menghasilkan persamaan $y = 0.139x + 0.0033$ dengan koefisien determinasi (R^2) sebesar 0.998 yang menunjukkan hubungan linear yang sangat baik antara konsentrasi dan absorbansi. Nilai %recovery berkisar antara 92-105% dan presisi menunjukkan nilai %RSD < 2%, menandakan metode memiliki ketelitian yang tinggi. Nilai LOD dan LOQ masing-masing sebesar 0.01 ppm dan 0.03 ppm. Uji spesifisitas menunjukkan bahwa larutan baku dan sampel memiliki puncak maksimum pada 325 nm, sedangkan matriks serum blanko hanya menunjukkan puncak pada 280 nm tanpa serapan pada panjang gelombang analit, menandakan metode bersifat selektif. Berdasarkan hasil tersebut, metode spektrofotometri UV terbukti valid dan layak digunakan untuk analisis rutin retinol bebas yang dilepaskan dari sistem enkapsulasi pada serum skincare komersial.

Kata kunci: Retinol, Spektrofotometri UV, Validasi Metode, Serum Skincare, Enkapsulasi.



Copyright © 2020 The author[s]. You are free to : **Share** [copy and redistribute the material in any medium or format] and **Adapt** [remix, transform, and build upon the material] under the following terms: **Attribution** — You must give appropriate credit, provide a link to the license, and indicate if changes were made. You may do so in any reasonable manner, but not in any way that suggests the licensor endorses you or your use; **NonCommercial** — You may not use the material for commercial purposes; **ShareAlike** — If you remix, transform, or build upon the material, you must distribute your contributions under the same license as the original. Content from this work may be used under the terms of the [Creative Commons Attribution-NonCommercial-ShareAlike 4.0 International \[CC BY-NC-SA 4.0\] License](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/)

Article History:

Received: 05/09/2025,
Revised: 21/11/2025,
Accepted: 21/11/2025,
Available Online: 04/12/2025..

QR access this Article



<https://doi.org/10.36490/journal-jps.com.v8i4.1140>

Pendahuluan

Retinol merupakan turunan vitamin A yang umum digunakan dalam produk perawatan kulit karena efektivitasnya dalam merangsang regenerasi sel, meningkatkan sintesis kolagen, serta memperbaiki tekstur dan warna kulit [1]. Senyawa ini dikenal memiliki aktivitas biologis tinggi, tetapi sangat tidak stabil terhadap paparan cahaya, panas, dan oksigen [2]. Ketidakstabilan tersebut dapat menyebabkan degradasi senyawa aktif, penurunan efektivitas terapeutik, bahkan meningkatkan risiko iritasi kulit pada penggunaan topikal [3].

Untuk mengatasi keterbatasan tersebut, dikembangkan teknologi enkapsulasi, yaitu teknik penyalutan bahan aktif dalam sistem pembawa seperti liposom, mikrokapsul, atau nanopartikel [4]. Teknologi ini mampu melindungi retinol dari proses degradasi oksidatif, memperpanjang umur simpan, dan mengontrol pelepasan zat aktif secara bertahap sehingga mengurangi potensi iritasi kulit [5]. Beberapa penelitian melaporkan bahwa bentuk *encapsulated retinol* menunjukkan stabilitas penyimpanan yang lebih tinggi dibandingkan retinol bebas [6], sedangkan penelitian lainnya menegaskan bahwa sistem ini meningkatkan efektivitas klinis tanpa meningkatkan efek iritasi [1]. Keunggulan tersebut menyebabkan retinol terenkapsulasi semakin banyak digunakan dalam produk kosmetik komersial, terutama pada serum perawatan malam [7]. Namun, keberadaan sistem enkapsulasi menimbulkan tantangan analitik, karena matriks sediaan menjadi lebih kompleks dan dapat memengaruhi proses ekstraksi maupun deteksi analit [8].

Analisis kadar retinol dalam produk kosmetik diperlukan untuk memastikan kesesuaian formulasi dengan standar keamanan dan efektivitas yang ditetapkan. Metode HPLC banyak digunakan untuk analisis retinoid karena memiliki selektivitas tinggi, tetapi memerlukan waktu dan biaya yang relatif besar [9]. Sebagai alternatif, metode spektrofotometri UV dapat digunakan karena prinsipnya sederhana, ekonomis, dan mampu memberikan hasil yang cukup akurat bila dikembangkan dan divalidasi dengan baik, serta memiliki sensitivitas memadai untuk analisis zat aktif pada konsentrasi rendah [10]. Oleh karena itu, untuk tujuan pengujian rutin dan kontrol kualitas di industri yang membutuhkan metode yang cepat, praktis, dan ekonomis, validasi metode spektrofotometri UV menjadi alternatif yang sangat layak, selama mampu memberikan akurasi dan presisi yang memadai untuk matriks kosmetik yang kompleks.

Berbagai penelitian menunjukkan bahwa spektrofotometri UV-Vis dapat digunakan untuk analisis vitamin A dan turunannya, tetapi penerapannya pada sediaan kosmetik yang mengandung *encapsulated retinol* masih sangat terbatas [6]. Oleh sebab itu, penelitian ini dilakukan untuk memvalidasi metode spektrofotometri UV dalam penetapan kadar *encapsulated retinol* pada serum *skincare* berlabel BPOM. Parameter yang umum divalidasi meliputi linearitas, presisi, akurasi, LOD dan LOQ [11].

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan kontribusi terhadap pengembangan metode analisis yang sederhana, efisien, dan ekonomis untuk menjamin mutu produk kosmetik berbasis retinol. Selain itu, hasil validasi ini juga diharapkan dapat menjadi acuan dalam pengujian rutin bahan aktif pada industri kosmetik maupun lembaga pengawasan mutu produk di Indonesia [12].

Metode Penelitian

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah spektrofotometer UV-Visible (Shimadzu UV-1280®), kuvet (Hellma®), sonikator bath (Branson 2510®), neraca analitik (Ohaus®), mikropipet (ukuran 100-1000 µL dan 1000-5000 µL) beserta tipnya, pipiet volume (ukuran 1 mL dan 2 mL), batang pengaduk, dan alat-alat

gelas (Iwaki® dan Pyrex®). Bahan yang digunakan yaitu produk *skincare* serum berlabel *encapsulated retinol* 1% BPOM, standar retinol murni > 98%, etanol p.a, dan membran filter 0.45 µm.

Pengambilan Sampel

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini terdiri dari sembilan serum komersial dengan klaim *encapsulated retinol* 1% berlabel BPOM yang didapatkan dari sembilan merek yang berbeda. Produk diperoleh melalui pembelian langsung dari toko fisik di wilayah Kartasura dan melalui *e-commerce* resmi dengan toko *online* yang berlabel "Shoope Mall". Pemilihan sampel dari merek yang berbeda dilakukan untuk memastikan hasil analisis mampu mencerminkan variasi formulasi produk yang beredar di pasaran.

Validasi Metode

Validasi metode merupakan proses yang bertujuan untuk memastikan bahwa prosedur analisis yang digunakan telah sesuai, efektif, serta mampu memberikan hasil yang berkualitas, andal, dan konsisten [11]. Parameter validasi yang digunakan dalam penelitian ini meliputi linearitas, presisi yang terdiri dari presisi *intraday* dan presisi *interday*, akurasi, LOD, dan LOQ.

Linearitas

Linearitas dilakukan secara statistik melalui perhitungan koefisien korelasi (r) antara konsentrasi dan nilai absorbansi dari larutan kurva baku. Kriteria penerimaan uji linearitas berdasarkan beberapa standar menunjukkan bahwa menurut pedoman AOAC (r) > 0.995, dan menurut pedoman ICH (r) ≥ 0.998.

Presisi

Uji presisi dilakukan dengan menggunakan sampel *encapsulated retinol* 2 ppm. Pengukuran sampel dilakukan sebanyak 10 kali replikasi pada masing-masing *intraday precision* dan *interday precision* dengan spektrofotometri UV dan dihitung nilai %RSD dengan nilai keberterimaan %RSD < 2% untuk klaim produk 1% [13].

Akurasi

Pengujian akurasi dilakukan menggunakan metode adisi standar (*spiking*). Sebanyak 1 mL sampel serum dilarutkan dengan 100 mL etanol p.a, kemudian larutan tersebut diambil sebanyak 1 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL. Ke dalam larutan tersebut ditambahkan larutan baku retinol yang diambil dari larutan baku konsentrasi 100 ppm, dengan volume yang telah dihitung untuk mencapai tingkat penambahan 80%, 100%, dan 120% terhadap konsentrasi retinol pada titik tengah kurva baku (3.4 ppm). Volume masing-masing adalah 0.20 mL untuk 80%, 0.34 mL untuk 100%, dan 0.48 mL untuk 120%. Setelah penambahan, campuran diencerkan dengan etanol p.a hingga tanda batas (10 mL). kemudian dihomogenkan larutan dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Pengukuran sampel dilakukan sebanyak 3 kali replikasi pada setiap konsentrasi penambahan [14].

LOD dan LOQ

LOD dan LOQ dapat dihitung melalui persamaan regresi linear dari hasil kurva baku [15]. Nilai tersebut dapat ditentukan dengan rumus $LOD = 3.3 \sigma/S$ dan $LOQ = 10 \sigma/S$, dengan σ mempresentasikan standar deviasi residual dan S merupakan nilai kemiringan dari garis regresi linear yang diperoleh dari kurva kalibrasi [16].

Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Larutan baku 70 ppm dipipet sebanyak 0.3 mL ke labu ukur 10 mL, lalu dilarutkan dengan etanol p.a hingga tanda batas untuk mendapatkan konsentrasi 2 ppm, yang selanjutnya diukur dengan spektrofotometer UV pada Panjang gelombang 200-400 nm menggunakan blanko etanol.

Pembuatan Kurva Baku

Larutan baku 70 ppm masing-masing dipipet sebanyak 0.1 mL; 0.29 mL; 0.49 mL; 0.69 mL; 0.87 mL kedalam labu ukur 10 mL dan ditambahkan etanol p.a sampai tanda batas. Konsentrasi yang didapatkan yaitu 0.7 ppm, 2.0 ppm, 3.4 ppm, 4.8 ppm, dan 6.1 ppm [16].

Penetapan Kadar Retinol pada *Encapsulated Retinol*

Sampel serum diambil sebanyak 1 mL dan dimasukkan ke dalam beker glass dan ditambahkan etanol p.a sebanyak 100 mL sehingga didapatkan konsentrasi sampel 100 ppm. Prosedur pengenceran yang besar ini diterapkan untuk mengurangi interferensi matriks kosmetik, terutama dari komponen berminyak, pengental, dan surfaktan yang dapat mengganggu absorbansi pada panjang gelombang analit [18]. Selain itu, pengenceran tinggi membantu memastikan retinol berada pada kisaran konsentrasi yang sesuai dengan sensitivitas dan rentang kerja spektrofotometer UV [19]. Kemudian campuran tersebut disonikasi selama 8 menit pada suhu 15°C untuk memfasilitasi pelepasan retinol dari matriks enkapsulasi [5]. Kondisi ini dipilih berdasarkan metode pada studi sebelumnya yang melaporkan bahwa sonikasi pada suhu rendah dapat meminimalkan degradasi termal retinol selama proses ekstraksi [4]. Meskipun tidak dilakukan optimasi spesifik terhadap variasi waktu dan suhu pada penelitian ini, kondisi tersebut digunakan secara konsisten untuk seluruh sampel guna menjaga reproduktibilitas prosedur. Kemudian, dilanjutkan dengan menyaring sampel dengan membrane filter 0,45 nm sehingga didapatkan larutan yang jernih. Hasil penyaringan dipipet sebanyak 0.2 mL ke dalam labu ukur 10 mL dan ditambahkan etanol p.a hingga tanda batas dan dihomogenkan. Larutan diukur absorbansinya dengan spektrofotometri UV pada panjang gelombang maksimum 325 nm [2]. Untuk meningkatkan kejelasan, hasil analisis juga dilaporkan dalam satuan ppm selain persen (%).

Uji Spesifisitas

Spesifisitas metode dievaluasi dengan membandingkan spektrum UV larutan baku retinol, sampel serum setelah ekstraksi, dan matriks serum blanko. Matriks blanko yang disiapkan dari serum komersial tanpa kandungan retinol yang diperlakukan sesuai prosedur preparasi sampel berupa pengenceran dan sonikasi. Semua sampel diukur pada rentang 200–400 nm. Kesesuaian nilai panjang gelombang maksimum dan bentuk spektrum antara larutan baku dan sampel digunakan untuk menilai selektivitas metode [3].

Hasil dan Diskusi

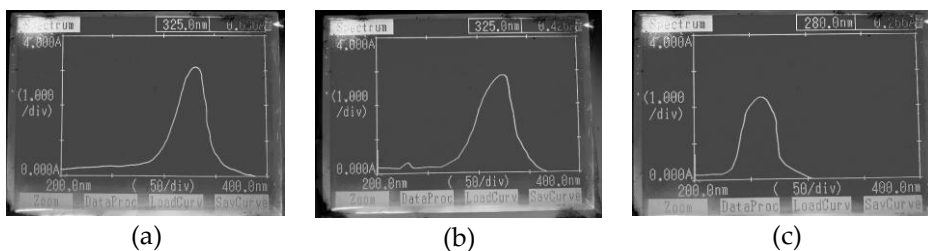
Pengujian yang dilakukan merupakan pengujian kuantitatif menggunakan spektrofotometri UV, metode ini memiliki beberapa keuntungan antara lain selektivitasnya yang tinggi, kemampuan untuk mengukur kadar zat dalam jumlah kecil, ketelitian dengan tingkat kesalahan 1–3%, waktu analisis yang singkat, serta akurasi yang tinggi [18].

Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Penentuan panjang gelombang maksimum bertujuan untuk memperoleh panjang gelombang spesifik yang memberikan serapan tertinggi bagi retinol [19]. Pengukuran dilakukan pada rentang 200–400 nm menggunakan pelarut etanol p.a, dan diperoleh panjang gelombang maksimum sebesar 325 nm. Nilai tersebut sesuai dengan karakteristik serapan khas gugus kromofor retinol yang memiliki ikatan rangkap terkonjugasi pada struktur β -ionon, sehingga mampu menyerap kuat pada daerah sinar ultraviolet [3]. Pemilihan λ_{maks} juga mempertimbangkan minimnya interferensi dari komponen lain dalam matriks serum kosmetik, seperti emolien, surfaktan, dan bahan pengawet yang umumnya tidak menyerap kuat pada panjang gelombang tersebut [20]. Oleh karena itu, λ_{maks} 325 nm digunakan sebagai dasar pengukuran seluruh sampel standar dan uji.

Uji Spesifisitas

Uji Spesifisitas bertujuan untuk memastikan bahwa metode hanya mengukur absorbansi retinol pada panjang gelombang maksimal tanpa terganggu oleh komponen lain dari matriks sampel [23]. Spesifisitas dievaluasi dengan membandingkan spektrum larutan baku retinol, sampel serum yang mengandung retinol, dan matriks serum blanko [3]. Spektrum sampel menunjukkan pola dan panjang gelombang maksimal identik dengan larutan baku, sementara matriks serum blanko tidak menunjukkan puncak pada 325 nm melainkan pada panjang gelombang 280 nm. Temuan ini mengindikasikan bahwa sinyal pada 325 nm berasal dari retinol dan tidak terdapat interferensi signifikan dari komponen matriks.



Gambar 1. Grafik spektrum absorbansi kurva baku (a), sampel serum (b), dan serum blanko (c). Absorbansi maksimal retinol berada pada panjang gelombang 325 nm.

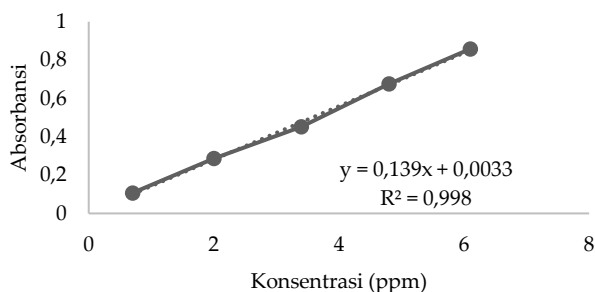
Penentuan Kurva Baku

Pembuatan kurva baku dilakukan dengan mengukur absorbansi dari lima seri konsentrasi retinol (0.7, 2.0, 3.4, 4.8, dan 6.1 ppm) pada panjang gelombang maksimum. Data yang diperoleh kemudian digunakan untuk menyusun persamaan regresi linier, yang selanjutnya digunakan dalam penetapan kadar sampel.

Table 1. Absorbansi Larutan Baku Retinol

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi (Abs)
0.7	0.107
2.0	0.287
3.4	0.452
4.8	0.676
6.1	0.858

Berdasarkan tabel 1, selanjutnya dapat dibuat grafik keterkaitan antara konsentrasi dan absorbansi seperti pada gambar 2.



Gambar 2. Hubungan antara Konsentrasi kurva baku retinol dan nilai absorbansi yang diperoleh digunakan sebagai dasar dalam penentuan kurva baku.

Hasil pengukuran kurva baku yang menghubungkan nilai konsentrasi dan absorbansi dalam penelitian ini menghasilkan persamaan regresi linear $Y = 0.139x + 0.0033$. Linearitas merupakan kemampuan suatu metode untuk memberikan hasil analisis yang proporsional, dimana respons (Y) berkaitan secara langsung dengan konsentrasi (X), yang dapat ditunjukkan melalui koefisien korelasi (r) [20]. Berdasarkan perhitungan, diperoleh nilai koefisien korelasi sebesar 0.998. Nilai r mendekati 1 menunjukkan adanya hubungan linier yang baik antara konsentrasi dan absorbansi terukur [22]. Temuan ini konsisten dengan hukum Lambert-Beer dan memenuhi kriteria penerimaan linearitas menurut pedoman ICH, yaitu $r \geq 0.998$.

Presisi

Presisi merupakan ukuran kedekatan hasil pengulangan terhadap pengukuran sampel ganda atau sampel homogen yang dianalisis menggunakan prosedur yang sama, dan biasanya dinyatakan dalam bentuk RSD (%) [21]. Semakin kecil nilai %RSD, semakin tinggi ketelitian metode [10]. Dalam penelitian ini, presisi dievaluasi melalui dua pendekatan, yaitu presisi *intraday* dan presisi *interday*. Presisi *intraday* diukur pada hari yang sama setelah preparasi sampel, bertujuan untuk menilai konsistensi metode dalam kondisi analisis yang

seragam. Sedangkan presisi *interday* diukur pada hari berbeda untuk mengevaluasi ketelitian metode terhadap variasi yang mungkin muncul akibat perbedaan hari, preparasi sampel, atau konsisi operasional [24]. Hasil uji presisi menunjukkan nilai %RSD sebesar 0.6 – 1.8% pada presisi *intraday* dan %RSD sebesar 0.4 – 1.3% pada presisi *interday*, data ini mengindikasikan bahwa metode ini memiliki tingkat ketelitian yang tinggi, karena memenuhi kriteria keberterimaan yaitu $\%RSD \leq 2\%$.

Tabel 2. Nilai %RSD dari presisi *intraday* dan *interday* dari sembilan sampel yang diukur

Sampel	%RSD	
	Intraday	Interday
S1	1.0678	0.4036
S2	1.3128	1.0328
S3	0.8413	0.8601
S4	0.6517	0.6280
S5	0.9403	1.1098
S6	1.5392	0.9782
S7	1.0788	1.0711
S8	1.4278	1.3333
S9	1.8110	1.1364

Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantifikasi (LOQ)

Batas deteksi (LOD, *Limit of Detection*) merupakan konsentrasi terendah suatu analit yang masih dapat dideteksi dalam sampel, sedangkan batas kuantifikasi (LOQ, *Limit of Quantitation*) adalah konsentrasi terendah suatu analit yang dapat ditentukan secara kuantitatif dengan tingkat presisi dan akurasi yang dapat diterima [15]. Dalam penelitian ini, diperoleh nilai kadar LOD dan LOQ yaitu 0.01 ppm dan 0.03 ppm. Nilai LOD dan LOQ yang rendah menandakan bahwa metode ini memiliki sensitivitas yang baik untuk mendeteksi retinol pada konsentrasi kecil, sejalan dengan sebuah penelitian yang menyebutkan bahwa spektrofotometri UV dapat digunakan untuk analisis vitamin A pada kadar rendah dengan hasil yang memadai [23].

Akurasi

Akurasi merupakan ukuran yang menunjukkan sejauh mana hasil pengujian mendekati nilai sebenarnya atau nilai referensi, dan biasanya dinyatakan sebagai persentasi perolehan kembali (*%recovery*) [24]. Akurasi penting untuk memastikan bahwa metode analisis yang digunakan mampu memberikan hasil yang benar dan dapat diandalkan [25]. Dalam penelitian ini, pengukuran akurasi dilakukan menggunakan metode adisi standar (*spiking*), di mana sampel ditambahkan dengan retinol pada tingkat konsentrasi 0%, 80%, 100%, dan 120% dari kadar yang diketahui [14].

Hasil penelitian menunjukkan bahwa metode yang digunakan memiliki ketelitian yang baik, serta nilai perolehan kembali (*%recovery*) berada dalam rentang yang memenuhi kriteria penerimaan uji akurasi yaitu 92-105% pada klaim kadar produk sampel 1% [13]. Nilai *%recovery* yang baik menunjukkan bahwa metode ini memiliki tingkat ketepatan yang baik. Meskipun nilai rata-rata *%recovery* berada dalam rentang penerimaan AOAC, pada beberapa data menghasilkan nilai yang berada jauh di luar rentang ideal seperti 58.1887% pada S4, 57.1307% dan 126.9572% pada S6. Nilai-nilai ini merupakan outlier. Variasi besar tersebut dapat disebabkan oleh beberapa faktor yang juga mempengaruhi nilai simpangan baku (SD) yang relatif tinggi yang menunjukkan adanya variasi antar replikasi pengukuran [26].

Variasi ini kemungkinan dapat disebabkan oleh pengaruh matriks serum yang kompleks, di mana komponen non-aktif seperti emolien, pengental, dan bahan pengawet dapat mempengaruhi efisiensi proses ekstraksi retinol [5]. Selain itu, sifat retinol yang sensitif terhadap cahaya dan oksidasi juga berpotensi menyebabkan degradasi parsial selama proses preparasi, sehingga menghasilkan nilai *%recovery* yang lebih rendah [4]. Sebaliknya, nilai *%recovery* yang terlalu tinggi juga dapat dipengaruhi oleh interferensi matriks, terutama jika terdapat komponen yang menyerap pada panjang gelombang yang sama dan tidak terhilangkan sempurna pada tahap preparasi [29]. Variasi yang terjadi lebih merepresentasikan karakteristik alami matriks serum yang heterogen dibandingkan kesalahan sistematis dari metode yang digunakan [29]. Meskipun demikian, variasi ini mencerminkan kompleksitas matriks kosmetik yang diteliti dan tidak sepenuhnya menunjukkan kelemahan metode, melainkan pentingnya optimasi prosedur preparasi dalam analisis retinol terenkapsulasi. Dari hasil penelitian ini menunjukkan bahwa metode spektrofotometri UV yang

dikembangkan belum sepenuhnya robust untuk semua jenis matriks serum komersial dan kinerjanya bergantung pada karakteristik formulasi produk. Oleh karena itu, interpretasi akurasi harus mempertimbangkan keterbatasan ini dan diperlukan optimasi lanjutan untuk meningkatkan reproduibilitas pada matriks yang lebih kompleks.

Tabel 3. Nilai %Recovery hasil uji akurasi pada sembilan sampel serum

Sampel	%Recovery	Rata-rata %recovery
S1	105.7977	100.508 ± 5.289
	100.5078	
	95.2179	
S2	105.7977	96.9812 ± 8.080
	95.2179	
	89.9280	
S3	95.2179	100.5080 ± 5.2898
	100.5078	
	105.7977	
S4	58.1887	95.2179 ± 32.1771
	111.0876	
	116.3774	
S5	84.6381	102.2710 ± 22.0235
	126.9572	
	95.2179	
S6	105.7977	95.2179 ± 10.5797
	95.2179	
	84.6381	
S7	126.9572	100.8600 ± 38.1067
	57.1307	
	118.4934	
S8	95.2179	102.2711 ± 6.1082
	105.7977	
	105.7977	
S9	95.2179	98.7445 ± 6.1082
	95.2179	
	105.7977	

Penentuan Kadar Retinol pada *Encapsulated Retinol*

Penentuan kadar retinol dalam penelitian ini dilakukan menggunakan spektrofotometri UV. Sebelum diukur, larutan sampel disonikasi terlebih dahulu dengan tujuan untuk membantu pelepasan retinol dari matriks enkapsulasi agar dapat dianalisis kuantitatif secara akurat [2]. Kemudian serapan larutan diukur pada panjang gelombang maksimum 325 nm, dan konsentrasi retinol dalam sampel dihitung berdasarkan nilai absorbansi menggunakan persamaan regresi linear $Y = 0.139x + 0.0033$. Hasil perhitungan kadar dan konsentrasi retinol dapat dilihat pada tabel 4.

Hasil perhitungan tersebut menunjukkan bahwa retinol pada seluruh sampel serum yang diuji berada di bawah batas maksimum yang diizinkan, yaitu $< 0,3\%$ [25]. Hal ini menandakan bahwa produk-produk tersebut memenuhi persyaratan keamanan terkait kandungan retinol. Kadar retinol yang diukur merupakan kadar retinol bebas sehingga kadar yang dihasilkan berbeda jauh dari kadar klaim produk. Kadar klaim produk *encapsulated retinol* 1% merujuk pada konsentrasi total dari sistem enkapsulasi bukan konsentrasi retinol murni di dalam mikrokapsul. Efisiensi pelepasan retinol bebas dari matriksnya diperkirakan maksimal sekitar 85% [5]. Penemuan pada penelitian ini sejalan dengan peraturan yang berlaku, di mana penggunaan retinol dalam produk kosmetik dibatasi untuk mencegah efek samping yang potensial, seperti iritasi kulit, fotosensitisasi, atau kerentanan terhadap oksidasi [2].

Perbedaan kadar antar produk dapat disebabkan oleh variasi bahan dasar, sistem enkapsulasi, stabilitas retinol selama penyimpanan, serta kondisi lingkungan yang dapat memicu degradasi retinoid [31]. Secara

keseluruhan, hasil penelitian menunjukkan bahwa metode spektrofotometri UV yang dikembangkan memiliki kinerja analitik yang baik, meliputi linearitas tinggi, presisi dan akurasi yang memenuhi syarat keberterimaan, serta selektivitas yang memadai untuk menganalisis retinol pada matriks serum kosmetik [32]. Oleh karena itu, metode ini dapat digunakan sebagai alternatif yang sederhana, efisien, dan ekonomis untuk penetapan kadar *encapsulated retinol* dalam produk *skincare* komersial.

Tabel 4. Hasil penetapan kadar retinol dalam sembilan sampel komersial

Sampel	Kadar (%)	Rata-rata Kadar (%)
S1	0.1028	0.1026 ± 0.0004
	0.1021	
	0.1030	
S2	0.0741	0.0741 ± 0.0007
	0.0748	
	0.0733	
S3	0.0856	0.0838 ± 0.0015
	0.0830	
	0.0827	
S4	0.1035	0.1025 ± 0.0010
	0.1014	
	0.1025	
S5	0.1291	0.1305 ± 0.0014
	0.1305	
	0.1320	
S6	0.1125	0.1142 ± 0.0016
	0.1143	
	0.1158	
S7	0.1712	0.1711 ± 0.0009
	0.1701	
	0.1719	
S8	0.1305	0.1317 ± 0.0012
	0.1316	
	0.1330	
S9	0.1208	0.1197 ± 0.0012
	0.1183	
	0.1201	

Kesimpulan

Metode spektrofotometri UV yang dikembangkan dalam penelitian ini menunjukkan kinerja analitis yang baik pada beberapa parameter validasi, termasuk linearitas, presisi, serta nilai LOD dan LOQ yang memadai untuk analisis retinol pada kadar rendah. Namun, hasil uji akurasi memperlihatkan variasi yang signifikan antar-sampel, yang mengindikasikan adanya pengaruh matriks dan efisiensi ekstraksi yang tidak seragam pada produk serum dengan sistem enkapsulasi yang berbeda. Kondisi ini menunjukkan bahwa metode ini belum sepenuhnya robust untuk semua formulasi kosmetik dan penerapannya perlu disertai verifikasi akurasi serta konfirmasi spesifisitas terhadap matriks masing-masing sampel. Namun, metode spektrofotometri UV tetap berpotensi digunakan sebagai pendekatan analisis yang sederhana dan cepat untuk retinol, tetapi penggunaannya pada berbagai produk komersial memerlukan optimasi lebih lanjut agar mampu memberikan hasil yang lebih konsisten dan representatif terhadap total retinol dalam sistem enkapsulasi. Hasil pengujian terhadap sembilan produk serum menunjukkan kadar retinol bebas berkisar antara 0.081 – 0.118%, yang masih berada di bawah batas maksimum yang diizinkan, yaitu < 0,3%. Hal ini menunjukkan bahwa seluruh produk berada dalam kategori aman untuk digunakan sebagai produk *leave on* pada wajah. Kadar retinol yang terukur dalam penelitian ini merepresentasikan retinol bebas yang berhasil

dilepaskan dari matriks enkapsulasi melalui proses preparasi, sehingga tidak mencerminkan total retinol terenkapsulasi seperti yang diklaim pada produk.

Conflict of Interest

Para penulis menyatakan bahwa penelitian dan penulisan artikel ini dilakukan secara independen dan tidak memiliki konflik kepentingan, baik finansial maupun non-finansial, yang dapat memengaruhi hasil atau interpretasi data.

Acknowledgment

Peneliti mengucapkan terima kasih dan penghargaan yang sebesar-besarnya kepada semua pihak yang telah berkontribusi melalui bimbingan, arahan, serta berbagai bentuk dukungan selama pelaksanaan penelitian ini.

Referensi

- [1] Zasada M, Budzisz E. Retinoids: Active molecules influencing skin structure formation in cosmetic and dermatological treatments. *Postep Dermatologii i Alergol* 2019;36:392–7. <https://doi.org/10.5114/ada.2019.87443>.
- [2] Vállez-gomis V, Carchano-olcina S, Azorín C, Benedé JL, Chisvert A, Salvador A. Simultaneous Quantification of Vitamin A and Derivatives in Cosmetic Products by Liquid Chromatography with Ultraviolet Detection. *Separations* 2022;9. <https://doi.org/10.3390/separations9020040>.
- [3] Fatimah SF, Lukitaningsih E, Martien R, Nugroho AK. Validation of Analytical Method for Vitamin A in Bioadhesive Ocular Cationic Nanoemulsion Loaded into Thermosensitive Gel Using RP-HPLC. *Indones J Chem* 2024;24:1349–60. <https://doi.org/10.22146/ijc.93395>.
- [4] Permata Shella T, Ratnasari D, Natalie Cahyani T, Adit Adzkia M, Valentin D, Az-Zahraa A. Systematic Review: Optimization of Retinol Stability in Cosmetics Formulations. *J Ilm Farm Bahari* 2025;16:57–67.
- [5] Shields CW, White JP, Osta EG, Patel J, Rajkumar S, Kirby N, et al. Encapsulation and controlled release of retinol from silicone particles for topical delivery. *J Control Release* 2018;278:37–48. <https://doi.org/10.1016/j.jconrel.2018.03.023>.
- [6] Goudon F, Clément Y, Ripoll L. Controlled release of retinol in cationic co-polymeric nanoparticles for topical application. *Cosmetics* 2020;7:1–9. <https://doi.org/10.3390/COSMETICS7020029>.
- [7] Chmykh YG, Nadeau JL. Characterization of Retinol Stabilized in Phosphatidylcholine Vesicles with and without Antioxidants. *ACS Omega* 2020;5:18367–75. <https://doi.org/10.1021/acsomega.0c02102>.
- [8] Lombardo D, Kiselev MA. Methods of Liposomes Preparation: Formation and Control Factors of Versatile Nanocarriers for Biomedical and Nanomedicine Application. *Pharmaceutics* 2022;14. <https://doi.org/10.3390/pharmaceutics14030543>.
- [9] Huang XC, Darwish AS, Darwish WS, Chen RM, Ma JK. Green rapid HPLC method for testing retinol and tocopherol in ophthalmic gels. *Talanta Open* 2025;12:100538. <https://doi.org/10.1016/j.talo.2025.100538>.
- [10] Hidayah H, Siti M, Amelia T, Helsen. Perbandingan Metode Analisis Instrumen HPLC dan Spektrofotometer UV- VIS Perbandingan Metode Analisis Instrumen HPLC dan Spektrofotometer UV- VIS 2024;10:1–23.
- [11] Hanwar D, Nitoviani DE, Suhendi A. Validation of Atomic Absorption Spectrometry Method for Contamination Determination of Lead (Pb) and Cadmium (Cd) in Methanol Extract and Product of Curcuma xanthorrhiza Roxb. *JKPK (Jurnal Kim Dan Pendidik Kim)* 2018;2:198. <https://doi.org/10.20961/jkpk.v2i3.11968>.
- [12] Peraturan BPOM Nomor 3 Tahun 2022. Peraturan Badan Pengawas Obat Dan Makanan Nomor 3 Tahun 2022 Tentang Persyaratan Teknis Klaim Kosmetika Dengan Rahmat Tuhan Yang Maha Esa Kepala Badan Pengawas Obat Dan Makanan 2022:1–32.
- [13] AOAC. Guidelines for single laboratory validation of chemical methods for dietary supplements and botanicals. *AOAC Int* 2002;1–38.
- [14] International Council for Harmonisation of Technical Requirements for Pharmaceuticals for Human Use. Validation of Analytical Procedures: Text and Methodology Q2(R1). vol. 1994. Geneva: 2005.
- [15] Harmono HD. Validasi Metode Analisis Logam Merkuri (Hg) Terlarut pada Air Permukaan dengan Automatic Mercury Analyzer. *Indones J Lab* 2020;2:11. <https://doi.org/10.22146/ijl.v2i3.57047>.
- [16] Pratiwi AA, Mulyadi D, Anwar DI. Validasi Metode Analisis Pengujian Sefotaksim Natrium dalam Sediaan

- Serbuk Injeksi dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi. Berk Ilm Kim Farm 2023;10:26–30. <https://doi.org/10.20473/bikfar.v10i2.47179>. Copyright.
- [17] Thermo Fisher Scientific. Analysis of Vitamin A Within Cod Liver Oil : Use for Derivatives in UV-Visible Absorption Techniques 2023.
- [18] Rahman II, Nurfauliyah LA, Ode L, Ji A, Syekh KH, Km N, et al. Spektrofotometri UV-VIS dalam Penentuan Nilai SPF pada Tabir Surya Ekstrak Alam dengan intensitas cahaya yang diserap oleh suatu sampel . Pada Panjang gelombang tertentu. J Kesehatan Amanah 2025;386–95. <https://doi.org/https://doi.org/10.57214/jka.v9i1.901>.
- [19] Irawan A. Kalibrasi Spektrofotometer Sebagai Penjaminan Mutu Hasil Pengukuran Dalam Kegiatan Penelitian Dan Pengujian. Indones J Lab 2019;1:1–9.
- [20] Julan M, Febria Leswana N, Linden S. Identifikasi Kandungan Hidrokuinon Dalam Krim Pemutih Yang Beredar Di Pasar Segiri Kota Samarinda Dengan Metode Spektrofotometri Uv-Visible. Pharmacon 2023;12:244–51.
- [21] Chakti Ari S, Simaremare ES, Pratiwi RD. Analisis Merkuri Dan Hidrokuinon Pada Krim Pemutih Yang Beredar Di Jayapura. JST (Jurnal Sains Dan Teknol 2019;8:1–11. <https://doi.org/10.23887/jst-undiksha.v8i1.11813>.
- [22] Rollando R, Claudya M, Yoedistira CD, Monica E. Development of Validation of Multivariate Derivative and Chemometric Spectrophotometer Methods in Cosmetic Preparations Containing Niacinamide and Vitamin C Brightening Cosmetics. J Wiyata 2023;10:120–34.
- [23] Iman A Al, Auli, Winni Nur S. Validation and development of UV-Vis spectrophotometer analysis methods for alpha-tocopherol acetate Validasi dan pengembangan metode analisis spektrofotometer UV-Vis pada alfa tokoferol asetat dikenal sebagai sindrom pernapasan akut coronavirus-2 (SARS-. J Ilm Farm 2023;19:87–96.
- [24] Irnawati, Handoyo Sahumena M, Dewi WON. Analisis Hidrokuinon Pada Krim Pemutih Wajah Dengan Metode Spektrofotometri Uv-Vis. J Ilm Farm - UNSRAT 2016;5:230–7.
- [25] Fahira SM, Ananto AD, Hajrin W. Analisis Kandungan Hidrokuinon Dalam Krim Pemutih Yang Beredar Di Beberapa Pasar Kota Mataram Dengan Spektrofotometri Ultraviolet-Visibel 2021;3. <https://doi.org/10.20414/spin.v3i1.3299>.
- [26] Wahyuni AM, Afthoni MH, Rollando R. Pengembangan dan Validasi Metode Analisis Spektrofotometri UV Vis Derivatif untuk Deteksi Kombinasi Hidrokortison Asetat dan Nipagin pada Sediaan Krim. Sainsbertek J Ilm Sains Teknol 2022;3:239–47. <https://doi.org/10.33479/sb.v3i1.181>.
- [27] Sulistyani M, Kusumastuti E, Huda N, Mukhayani F. Method Validation on Functional Groups Analysis of Geopolymer with Polyvinyl Chloride (PVC) as Additive Using Fourier Transform Infrared (FT-IR). Indones J Chem Sci 2021;10:198–105.
- [28] Setyadi D, Ariyanti. Analisa Kuantitatif Tablet Retinol (Vitamin a) Secara Spektrofotometri Ultraviolet Visibel Yang Beredar Di Wilayah Kabupaten Kendal. Farmasetis 2017;2:1–9.
- [29] RI D. Farmakope Indonesia Edisi VI. 2020. <https://doi.org/10.1136/bmj.2.5096.601>.
- [30] Muryanto M. Validasi Metode Analisa Amonia pada Air Tanah Menggunakan Metode Spektrofotometri. Indones J Lab 2020;2:40. <https://doi.org/10.22146/ijl.v2i1.54490>.
- [31] Angger Ratnawati N, Tri Prasetya A, Endah Fitriani Rahayu. Indonesian Journal of Chemical Science Validasi Metode Pengujian Logam Berat Timbal (Pb) dengan Destruksi Basah Menggunakan FAAS dalam Sedimen Sungai Banjir Kanal Barat Semarang. J Chem Sci 2019;8:62.
- [32] Phansi P, Ferreira S, Cerd V. Trends in Analytical Chemistry From mono- to multicomponent methods in UV-VIS spectrophotometric and fluorimetric quantitative analysis e A review 2022;157. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2022.116772>.
- [33] Tutik FD, Qomariyah LN, Putri MY, Aulia HR, Pratiwi ED. Manfaat Ceramide untuk Perawatan Kulit : Review. Maj Farmasetika 2025;10:1–16. <https://doi.org/https://doi.org/10.24198/mfarmasetika.v10i1.39330> Artikel.
- [34] SCCS. Scientific Committee on Consumer Safety SCCS REVISION of the scientific Opinion (SCCS/1576/16) on vitamin A (Retinol, Retinyl Acetate, Retinyl Palmitate). vol. 1639. 2022.
- [35] Shella TP, Ratnasari D, Cahyani TN, Adzkie MA, Valentin D, Az-zahraa A, et al. Jurnal Ilmiah Farmako Bahari Systematic Review : Optimization Of Retinol Stability In Cosmetics Formulations 2025;57–67.
- [36] Wardana FY, Lestari YS, Aprilianti RG. Analisis Kadar Asam Retinoat dalam Krim Pemutih Malam di Kota Malang. Pharmademica J Kefarmasian Dan Gizi 2022;1:58–68. <https://doi.org/10.54445/pharmademica.v1i2.17>.