

## Penetapan Kadar Asam Retinoat dalam Sediaan Krim Wajah yang Dijual Bebas di Salah Satu Toko Kosmetik di Kota Bandung dengan Menggunakan Metode Kromatografi Lapis Tipis Preparatif dan Spektrofotometer UV-Vis

**Ruli Fauzyan Azhari<sup>\*</sup>, Farendina Suarantika, Taufik Muhammad Fakh**

Prodi Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Bandung, Indonesia.

rulifauzyanazhari10@gmail.com, farensuarantika@gmail.com,  
Taufikmuhammadf@gmail.com

**Abstract.** Retinoic acid is a compound that is often added to facial creams because it can remove dead skin cells, giving a whitening effect to the skin. Retinoic acid has a dangerous risk to the skin, which can cause redness of the skin such as a burning sensation, and redness of the skin and can cause carcinogens if used for a long period of time for more than 6 months in a row. The samples used were 3 facial cream products circulating in the Bandung City area. This study was conducted qualitatively and quantitatively using thin layer chromatography methods to determine the content of retinoic acid in the sample, then for separation or isolation using the TLC-Preparative method and for determination of levels using UV-Vis spectrophotometer. The results showed that the levels of retinoic acid in sample A were 0.12%, sample B 0.25% and sample C 0.13%, where the use of retinoic acid is prohibited in cosmetics according to the latest BPOM regulations, and validation of the analysis method was carried out to test the performance of the analysis method. for the validation parameters tested include: linearity, accuracy and precision.

**Keywords:** *Retinoic Acid, Cream, TLC, UV-Vis Spectrophotometry.*

**Abstrak.** Asam retinoat adalah senyawa yang sering ditambahkan dalam krim wajah karena dapat mengangkat sel – sel kulit mati sehingga memberikan efek putih pada kulit. Asam retinoat mempunyai resiko berbahaya pada kulit yaitu dapat menimbulkan kemerahan pada kulit seperti rasa terbakar, dan kemerahan pada kulit serta dapat mengakibatkan karsinogen jika digunakan dalam jangka waktu yang lama lebih dari 6 bulan secara berturut – turut. Sampel yang digunakan adalah 3 produk krim wajah yang beredar di daerah Kota Bandung. Penelitian ini dilakukan secara kualitatif dan kuantitatif dengan menggunakan metode kromatografi lapis tipis untuk menentukan kandungan asam retinoat dalam sampel, kemudian untuk pemisahan atau isolasi dengan metode KLT-Preparatif dan untuk penetapan kadar menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Hasil penelitian menunjukkan kadar asam retinoat pada sampel A adalah 0,12%, sampel B 0,25% dan sampel C 0,13%, dimana penggunaan asam retinoat dilarang penggunaannya dalam kosmetik menurut peraturan BPOM terbaru, serta dilakukan validasi metode analisis untuk menguji kinerja metode analisis. untuk parameter validasi yang diuji diantaranya : linieritas, akurasi dan presisi.

**Kata Kunci:** *Asam Retinoat, Kadar, Krim, KLT, Spektrofotometer.*

## A. Pendahuluan

Kosmetik adalah sediaan yang digunakan pada bagian luar tubuh seperti wajah, rambut, kuku, gigi atau bibir, kosmetik bertujuan untuk membersihkan badan, mengubah penampilan supaya lebih percaya diri dan mempercantik diri atau memperbaiki bau badan [1]. Krim merupakan sediaan semi padat yang mengandung satu atau lebih bahan aktif farmasi yang dilarutkan dalam bahan dasar yang sudah sesuai, istilah ini digunakan untuk formulasi semi padat yang mempunyai konsistensi relatif cair dan diformulasikan sebagai emulsi air dalam air atau minyak. Krim terdiri dari emulsi minyak dalam air yang mudah dicuci dengan air serta direkomendasikan dalam penggunaan kosmetik [2].

Sediaan krim asam retinoat banyak digunakan untuk berbagai masalah pada kulit seperti pada kulit berjerawat, menghilangkan scars pada wajah, pemutih kulit dan juga menyamarkan pori – pori, Asam retinoat yaitu sejenis retinoid yang dihasilkan dari turunan vitamin A dalam keadaan asam kemudian diubah menjadi all -trans retinoid acid. Cara kerja kerjanya sebagai bahan pemutih belum sepenuhnya terlalu jelas, namun pada penelitian yang dilakukan pada mencit, didapatkan bahwa asam retinoat dapat menghambat enzim tyrosinase. Namun, penggunaan asam retinoat yang tidak terkontrol akan menyebabkan beberapa resiko yang berbahaya seperti kemerahan pada kulit, eritema, pengerasan kulit, dermatitis, serta berpotensi sebagai penyebab kanker dan bisa juga mengakibatkan cacat pada janin (teratogenik) [4].

## B. Metode

Penelitian dilakukan dengan cara pengujian secara analisa kualitatif dan kuantitatif untuk mengetahui ada atau tidaknya asam retinoat dalam sampel sediaan krim serta kadarnya. Pengujian yang dilakukan diantaranya organoleptik kemudian identifikasi asam retinoat menggunakan metode kromatografi lapis tipis untuk menunjukkan keberadaan asam retinoat, fase gerak yang digunakan adalah n-heksan – aseton dan fase diam yang digunakan adalah silika gel GF<sub>254nm</sub>, kemudian untuk proses pemisahan dengan kromatografi lapis tipis preparatif selanjutnya penetapan kadar menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis, serta dilakukan validasi metode, untuk parameter validasi yang diuji diantaranya linieritas, akurasi dan presisi.

Peralatan yang digunakan diantaranya bejana, lampu UV<sub>254nm</sub>, spektrofotometri UV-Vis, kuvet, kertas saring, pipa kapiler, timbangan analitik, vial, *beaker glass*, tabung reaksi, aluminium foil, pipet tetet, corong, mikropipet, labu ukur, gelas kimia, batang pengaduk, dan vorte mixer, serta bahan bahan yang digunakan adalah krim asam retinoat, baku pembanding asam retinoat, metanol p.a, n-heksan , aseton, dan silika gel GF<sub>254nm</sub>.

## Prosedur

### Uji Kualitatif

1. Organoleptis  
Diuji terlebih dahulu organoleptis untuk menentukan bau, warna, bentuk serta pH pada 3 sampel krim wajah.
2. Identifikasi dengan KLT  
Sampel ditimbang sebanyak 3 gram, dilarutkan dengan metanol p.a 10ml, fase gerak yang digunakan yaitu n-heksan - aseton dan fase diam yang digunakan yaitu gel GF<sub>254nm</sub>, lempeng silika di panaskan terlebih dahulu selama 30 menit, kemudian bejana dijenuhkan selama 15 menit, larutkan uji dan pembanding asam retinoat di totolkan, lempeng KLT dimasukan ke dalam bejana yang sudah jenuh, selanjutnya diamati dibawah sinar UV 254nm. [5]

### Uji Kuantitatif

1. Kromatografi Lapis Tipis Preparatif  
Fase diam yang digunakan adalah silika gel GF<sub>254</sub> dengan ukuran 20x20 cm, kemudian dipanaskan dengan suhu 105°C selama 1 jam, fase gerak yang digunakan yaitu n – heksan dan aseton, selanjutnya sampel ditimbang sebanyak 5 gram dimasukan ke dalam tabung reaksi, dibungkus dengan aluminium foil dan di larutkan didalam metanol p.a sebanyak 10 mL, larutan krim ditotolkan berupa pita pada plat KLTP yang telah di aktivasi, kemudian dimasukan ke dalam bejana yang sudah jenuh, setelah proses elusi selesai plat KLT-P di lihat dibawah sinar

- UV<sub>254 nm</sub>, diberi tanda untuk hasil positif kemudian dilakukan pengerokan.
2. **Pembuatan Larutan Sampel**  
serbuk hasil pengerokan KLTP dilarutkan dengan metanol p.a sebanyak 5 mL ke dalam vial, di vortex dan di saring menggunakan *syringe filteri* sebelum digunakan sebagai larutan uji.
  3. **Pembuatan Larutan Baku Asam Retinoat**  
Serbuk ditimbang sebanyak 2,5 mg, di masukan ke dalam abu ukur 100 mL dan dilarutkan dengan metanol p.a sampai tanda batas.
  4. **Penentuan Panjang Gelombang Maksimum**  
Larutan baku asam retinoat dengan konsentrasi 25 µg/mL diambil sebanyak 2 mL menggunakan pipet dan dimasukan ke dalam labu ukur 10 mL. Kemudian, ditambahkan metanol p.a sampai tanda batas labu, dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang 200-400nm.
  5. **Pembuatan Kurva Baku Asam Retinoat**  
Larutan baku dipipet, dimasukan ke dalam labu ukur 10 mL berturut – turut pada labu ukur sebesar 1 mL, 1,2 mL, 1,4 mL, 1,6 mL 1,8 mL dan 2 mL, masing – masing labu ukur di tambahkan metanol p.a sampai tanda batas dan dihomogenkan.
  6. **Penetapan Kadar**  
Larutan hasil KLTP dilarutkan dengan metanol p.a sebanyak 5 mL diambil, dengan cara disaring ke dalam tabung reaksi yang telah ditutup aluminium foil. Gunakan filtrat sebagai larutan uji, kemudian diukur absorbansinya dalam spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang yang telah diperoleh [6].

### Validasi Metode

#### 1. Uji Liniertias

Larutan standar asam retinoat dipipet dengan konsentrasi 1000; 1200; 1400; 1600 dan 1800 ppm ke dalam labu ukur 10 mL, diencerkan dengan menggunakan metanol p.a sampai tanda batas dan diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum, kemudian dibuat kurva baku. untuk liniertias yang baik itu nilai koefisien korelasi ( $R^2$ ) mendekati angka 1.

#### 2. Uji Akurasi

Pada pengujian akurasi dengan metode penambahkan baku asam retinoat 3ppm, 4ppm, dan 5 ppm ditambah 1 ml sampel dan pelarut metanol p.a pada labu ukur 10 mL sampai tanda batas. dimasukan ke dalam kuvet kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum asam retinoat menggunakan spektrofotometer UV-Vis, nilai yang didapatkan dihitung sebagai nilai %*recover*.

#### 3. Uji Presisi

Uji presisi dilakukan dengan larutan baku asam retinoat 1800 ppm sebanyak 1,8 mL dipipet ke dalam labu ukur 10 mL dan diencerkan dengan menggunakan metanol p.a sampai tanda batas, kemudian diukur dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Kemudian diukur konsentrasi sampel menggunakan persamaan regresi linear  $y = bx + a$  dan dihitung nilai RSD. Nilai RSD yang dapat memenuhi kriteria uji presisi yaitu  $\leq 2\%$ .

### Hasil Penelitian dan Pembahasan

Hal yang pertama dilakukan pada penelitian ini yaitu, pengujian organoleptik. Hasil uji organoleptik dapat dilihat pada tabel dibawah.

**Tabel 1** Hasil Uji Organoleptik Sampel Krim Asam Retinoat

Sampel	Bentuk Sediaan	Warna	Aroma/Bau
A	lengket	Putih	Tidak beraroma
B	Sedikit lengket	Putih	Terdapat aroma
C	Lengket	Kuning	Terdapat aroma

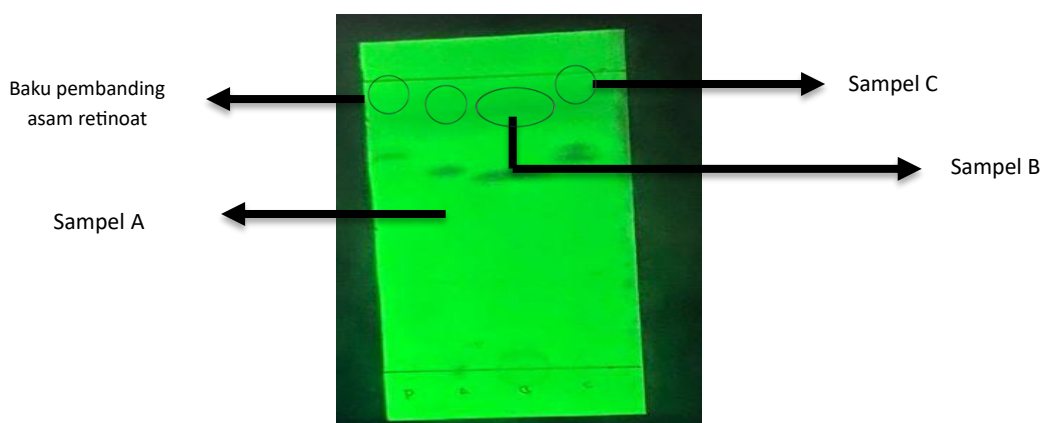
Berdasarkan tabel 1. Pada sampel A mempunyai warna putih, tidak memiliki aroma yang khas, akan tetapi memiliki tekstur yang lengket, Sampel B mempunyai warna putih dan tidak memiliki aroma yang khas dengan struktur sedikit lengket. Sampel C memiliki warna kuning pucat, beraroma khas menyengat, memiliki tekstur lengket, berdasarkan penelitian Agustina *et.al* krim asam retinoat memiliki warna kuning pucat hingga cerah, dan beraroma menyengat dengan tekstur yang lengket, untuk pengujian organoleptis yang mendekati kriteria tersebut terdapat pada sampel C [7].

Selanjutnya untuk pengujian pH pada sediaan krim, pengujian ini dilakukan untuk memastikan bahwa sediaan krim aman digunakan dan tidak mengiritasi kulit dengan menggunakan pH meter, hasilnya dapat dilihat pada tabel dibawah.

**Tabel 2.** Hasil Uji pH Sampel Krim Asam Retinoat

Sampel	pH	Persyaratan SNI
A	7,27	
B	6,86	3,5 -8
C	6,21	

Berdasarkan tabel 2. Untuk pH sampel A yaitu 7,27; pH sampel B 6,86 dan pH sampel C 6,21. dari ketiga sampel krim wajah sudah memenuhi ketentuan SNI 16-4954-1998 mengenai pH optimal untuk sediaan krim yaitu 3,5-8 [8]. Krim yang tidak sesuai dengan pH kulit dapat mengakibatkan dampak negatif pada kulit. Misalnya, krim yang memiliki tingkat keasaman pH yang lebih dapat menyebabkan reaksi iritasi pada kulit, sementara krim dengan pH yang terlalu basa dapat menyebabkan kulit menjadi kering atau bersisik. Berikutnya dilakukan pengujian secara kualitatif, dengan menggunakan metode kromatografi lapis tipis untuk mengidentifikasi senyawa asam retinoat yang terdapat pada sampel, hasil yang diperoleh berupa pemisahan berdasarkan perbedaan kepolaran antara sampel dengan eluen yang digunakan [9].

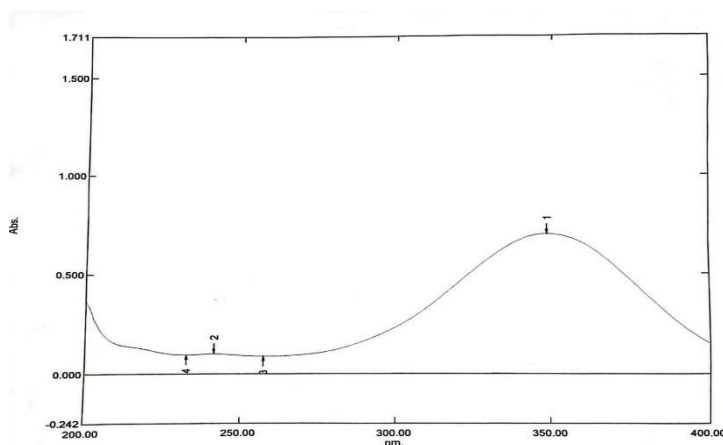


**Gambar 1.** Hasil KLT sampel dibawah sinar UV

Berdasarkan gambar 1. Ketiga sampel tersebut A, B dan C positif mengandung asam retinoat ditandai dengan nilai Rf pada sampel tidak jauh berbeda dari nilai baku standar asam retinoat yaitu 0,625. Hasil nilai Rf sampel A 0,587; sampel B 0,575 dan sampel C 0,637. dari ketiga sampel yang paling mendekati yaitu sampel C karena di dapatkan nilai Rf yang hampir sama, untuk sampel A dan B memiliki nilai Rf agak jauh dengan nilai Rf baku standar. Hasil nilai Rf tersebut sudah memenuhi ketentuan nilai Rf yang baik yaitu antara 0,2 – 0,8 [14]. Selanjutnya dilakukan metode kromatografi lapis tipis preparatif (KLTP) untuk mendapatkan senyawa asam retinoat yang diinginkan atau untuk mendapatkan target senyawa asam retinoat dari sampel. Sistem pemisahan pada KLTP sama dengan pengujian seperti KLT sebelumnya, dimana fase diam dan fase geraknya sama akan tetapi dengan perbandingan yang berbeda. Hasil kerokan yang didapatkan untuk sampel A 0,1717 gram, sampel B

0,3278 gram dan sampel C 0,3029 gram, dari proses pemisahan dengan metode KLT-P.

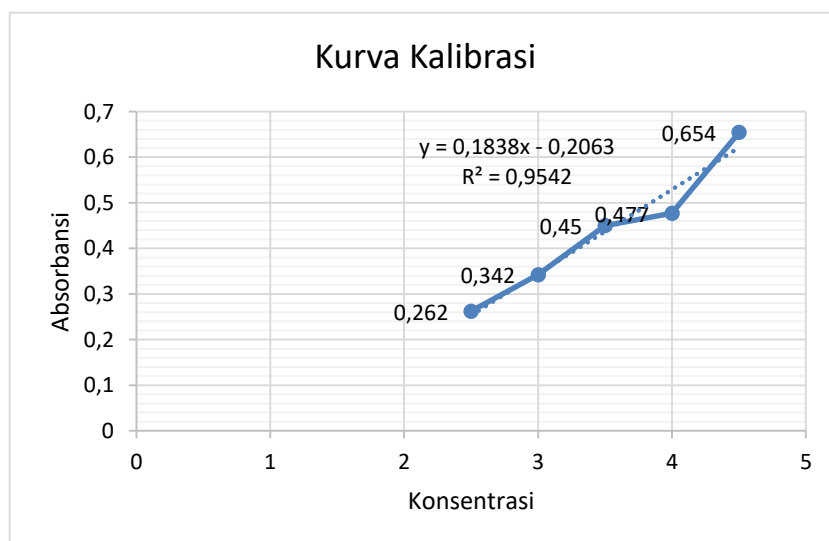
Selanjutnya analisis kuantitatif, dalam penentuan kadar, yang pertama dilakukan yaitu penentuan panjang gelombang maksimum ( $\lambda$ ) asam retinoat yang bertujuan untuk mendapatkan pengukuran absorbansi yang maksimal.



**Gambar 2.** Panjang Gelombang Maksimum Asam Retinoat

Berdasarkan gambar 2. panjang gelombang 349 nm diharapkan dapat memberikan kepekaan sampel yang mengandung asam retinoat dengan maksimal. Terdapat perbedaan pada penelitian yang sebelumnya digunakan untuk mendeteksi asam retinoat pada panjang gelombang maksimum 341 nm [10]. Selanjutnya penentuan kurva baku asam retinoat untuk mencari persamaan regresi linier sehingga dapat digunakan untuk penentuan kadar sampel yang absorbansinya sudah diukur. Absorbansi dari konsentrasi tersebut digunakan untuk memperoleh kurva linier dengan menggunakan panjang gelombang maksimum yang diperoleh.

Kemudian dilakukan pengujian validasi metode, yaitu untuk memastikan bahwa suatu metode analisis atau pengujian dapat menghasilkan data yang akurat, serta meminimalkan resiko yang salah, untuk pengujian akurasi, hasil % *recovery* yang didapatkan pada konsentrasi 80% yaitu 60,23%, konsentrasi 100% : 54,65% dan konsentrasi 120% : 51,5% , untuk uji presisi didapatkan hasil RSD 0,94%. Selanjutnya dilakukan pengujian linieritas.



**Gambar 1.** Kurva Baku Asam Retinoat

Berdasarkan gambar 3. Hasil persamaan regresi linier untuk nilai intercerpt ( $a$ ) = 0,2063 dan nilai slope ( $b$ ) = 0,1838x dengan nilai korelasi ( $r$ ) = 0,9542. Data absorbansi yang dihasilkan menunjukkan hasil yang baik, karena rentang nilai absorbansi dari yang terkecil hingga yang terbesar berkisar 0,2 – 0,8. Namun, nilai kolerasi yang diperoleh sebesar 0,9542, hal ini dikatakan kurang baik karena syarat dari suatu metode dikatakan memiliki linieritas yang baik apabila nilai koefisien korelasi ( $r$ )  $\geq$  0,999 mendekati 1 [11].

Selanjutnya penetapan kadar sampel asam retinoat dari hasil Kromatografi Lapis Tipis Preparatif, sampel A,B, dan C yang dilarutkan dengan metanol p.a sebanyak 5 mL kemudian diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum ( $\lambda$ ) 349<sub>nm</sub>

**Tabel 3.** Hasil Penetapan Kadar Asam Retinoat pada Sampel

Sampel	Abs 1	Abs2	Abs3	rata -rata	Konsentrasi (x)	% kadar
A	0,226	0,236	0,253	0,238	2,417	0,12%
B	0,742	0,743	0,743	0,743	5,164	0,25%
C	0,281	0,283	0,281	0,282	2,651	0,13%

Berdasarkan Tabel 3. hasil pengujian didapatkan kadar pada krim wajah asam retinoat untuk sampel A diperoleh kadar yaitu sebesar 0,12%, sampel B 0,25% dan sampel C 0,13% . Dari hasil penelitian menunjukkan bahwa kadar asam retinoat dalam produk krim wajah A, B, dan C telah mematuhi ketentuan yang diatur oleh peraturan BPOM no. 23 Tahun 2019 mengenai batas maksimum penggunaan asam retinoat dalam produk krim malam, yang berkisar antara 0,001 - 0,40% [12]. Meskipun kadar asam retinoat masuk dalam rentang, akan tetapi penggunaan asam retinoat merugikan untuk kesehatan pemakaiannya jika digunakan secara berlebihan atau tidak mematuhi aturan BPOM.

### C. Kesimpulan

Berdasarkan hasil analisis kualitatif menggunakan metode Kromatografi Lapis Tipis (KLT), sampel A,B, dan C mengandung asam retinoat yang ditunjukkan dengan nilai R<sub>f</sub> mendekati pembanding yaitu 0,625 cm dan kadar asam retinoat pada sampel A, B, dan C berturut – turut adalah 0,12%, 0,25% dan 0, 13%, serta hasil validasi metode untuk beberapa parameter yaitu untuk uji akurasi didapatkan % recovery pada konsentrasi 80% yaitu 60,23%, konsentrasi 100% : 54,65% dan konsentrasi 120% : 51,5% , untuk uji presisi didapatkan hasil RSD 0,94% . serta uji linieritas yaitu ( $r$ ) = 0,9542.

### Ucapan Terimakasih

Peneliti sangat mengucapkan terimakasih kepada ibu Apt. Farendina Suarantika, M.,S.Farm selaku dosen pembimbing utama dan bapak Apt. Taufik Muhammad Fakhri, M.,S.Farm selaku dosen pembimbing serta yang telah banyak memberikan pengarahan dan saran yang berharga kepada penulis sehingga bisa terselesaikan penelitian ini, penulis juga mengucapkan terimakasih kepada keluarga dan sahabat yang selalu memberikan do'a yang terbaik selama penulis melakukan penelitian hingga penelitian ini dapat terselesaikan.

### Daftar Pustaka

Azhar, S. F., Y. K. M., & Kodir, R. A. (2021). Pengaruh Waktu Aging dan Metode Ekstraksi terhadap Aktivitas Antioksidan Black Garlic yang Dibandingkan dengan Bawang Putih (*Allium sativum* L.). *Jurnal Riset Farmasi*, 1(1), 16–23. <https://doi.org/10.29313/jrf.v1i1.43>

- Muhammad Nur Fauzi, Joko Santoso, & Aldi Budi Riyanta. (2021). Uji Kualitatif dan Uji Aktivitas Antioksidan Ekstrak Etanolik Buah Maja (*Aegle Marmelos* (L.)Correa) dengan Metode DPPH. *Jurnal Riset Farmasi*, 1(1), 1–8. <https://doi.org/10.29313/jrf.v1i1.25>
- Hidayah, Nurul. (2014). Gaya hidup Konsumtif Mahasiswa Pengguna Perawatan Wajah Di Klinik Kecantikan Kota Surabaya. Fakultas Ilmu Sosial Universitas Negeri Surabaya: Surabaya
- Depkes RI, (2020). Farmakope Indonesia edisi VI, Departemen Kesehatan Republik Indonesia.
- Badan POM RI. (2011). Melarang Produk Kosmetik Mengandung Bahan Berbahaya. Jakarta: Departemen Kesehatan Republik Indonesia.
- Suhartati T, 2013. Dasar-dasar Spektrofotometri Uv-vis dan spektrometri Massa untuk Penentuan struktur Senyawa organic. Lampung: AURA.
- Saad, A. A., Dalming, T., & Lestari, K. (2019). Analisis Kualitatif Asam Retinoat Dengan Metode KLT Pada Sediaan Krim Pemutih Yang Beredar Di Pasar Limbung. *Penelitian Kesehatan Pelamonia Indonesia*, 02(1), 1–5.
- Hadriyati, A., Hartesi, B., & Fitri, S. (2021). Analisis Asam Retinoat Pada Krim Pemutih Malam Yang Beredar Di Klinik Kecantikan Kota Jambi Pada Kecamatan Jelutung. *Media Farmasi: Jurnal Ilmu Farmasi*, 17(1), 1.
- Agustina, Anita S., Choiril HM., M. E. (2019). Analisa Kualitatif Asam Retinoat pada Sediaan Krim Malam di Pasar Klaten dengan Metode Kromatografi Lapis. *MOTORIK Journal Kesehatan*, 14(02), 136–140.
- Kurniasih, N. 2016. Formulasi Sediaan Krim Tipe M/A Ekstrak Biji Kedelai (*Glycine max* L): Uji Stabilitas Fisik dan Efek pada Kulit. Fakultas Farmasi. Universitas Muhammadiyah Surakarta.
- Hadisoebroto, G. dan Budiman, S. /J. *Kartika Kimia*, Mei 2019, 2, (1), 51-56
- Abdul, Rohman. 2009. Analisis obat secara Spektrofotometri dan Kromatografi. Pustaka Pelajar : Yogyakarta.
- Hadriyati, A., Hartesi, B., & Fitri, S. (2021). Analisis Asam Retinoat Pada Krim Pemutih Malam Yang Beredar Di Klinik Kecantikan Kota Jambi Pada Kecamatan Jelutung. *Media Farmasi: Jurnal Ilmu Farmasi*, 17(1), 1.
- Charry Maria Gabriela dan Susana Linden, 2022, Analisis Kadar Asam Retinoat Dalam Krim Pemutih di Pasar Pagi Kota Samarinda Dengan Spektrofotometri UV – Vis , *Jurnal Farmasi* Vol. 2 No.2.