

VALIDASI METODE DAN PENENTUAN KADAR ASAM SALISILAT BEDAK TABUR DARI PASAR MAJALAYA

Fenti Fatmawati¹, Lina Herlina¹.

¹ Sekolah Tinggi Farmasi Bandung, Jl. Soekarno Hatta no 754 Bandung

*E-mail: fentisabian@gmail.com

Diterima: 20 Februari 2017. Disetujui: 19 Juli 2017. Dipublikasikan: 30 Juli 2017

Abstract: Salicyl powder is a powder containing salicylic acid as the active ingredient. This powder is generally used to relieve complaints of itching caused by prickly heat, and other skin disorders. The present of salicylic acid in talcum is 2% maximum based on BPOM regulation. The purpose of this study was to validate the method and determine the level of salicylic acid in the labeled and non labeled powder cosmetics using UV spectrophotometric method. The results showed a linear calibration curve with regression equation $y=0.029x + 0.038$ and coefficient of correlation as 0.999. The recovery of salicylic acid in this sample simulation in range 91.28% - 96.71%. The intraday relatives standard deviation (RSD) was 0.26%. The interday relatives standard deviation (RSD) were 0.25%, 0.33% and 0.26%. The results showed that the validity test performed indicates that the uv vis spectrophotometric method has met the validation requirements. The sixth samples of talcum cosmetics contain salicylic acid. The results showed that salicylic acid levels in cosmetic products did not exceed the maximum and safe to use. The measurement in three branded samples were 1,66%, 0,50% and 0,19%. The results in non branded samples were 0,15%, 0,19% and 0,009%.

Keywords: Salicylic acid, talcum, Ultraviolet-Visible Spectrophotometry

Abstrak: Bedak Salisil adalah bedak yang mengandung asam salisilat sebagai zat aktifnya. Bedak ini pada umumnya digunakan untuk menghilangkan keluhan gatal-gatal yang disebabkan oleh biang keringat, dan gangguan kulit lainnya. Kadar asam salisilat dalam bedak tidak boleh lebih dari 2% berdasarkan peraturan Badan POM. Tujuan penelitian ini adalah melakukan validasi metode dan menentukan kadar asam salisilat dalam sediaan kosmetika bedak tabur berlabel (bermerk) dan non label (tanpa merk) menggunakan metode spektrofotometri UV. Hasil penelitian menunjukkan kurva kalibrasi linier dengan persamaan regresi $y=0,029x + 0,038$ dan koefisien korelasi (r) sebesar 0,999. Persen perolehan kembali asam salisilat dalam sampel simulasi mempunyai rentang 91,28% - 96,71%. Koefisien variasi dalam hari sebesar 0,26%, sedangkan dalam antar hari nilai koefisien variasi adalah 0,25%, 0,33% and 0,26%. Hasil penelitian menunjukkan bahwa uji validitas yang dilakukan menunjukkan bahwa metode spektrofotometri uv vis telah memenuhi persyaratan validasi. Enam sampel kosmetik bedak tabur yang dianalisis mengandung asam salisilat. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kadar asam salisilat dalam produk kosmetik tidak melebihi batas maksimal dan aman untuk digunakan. Kadar asam salisilat yang diperoleh pada tiga sampel berlabel adalah 1,66%, 0,50% dan 0,19%. Kadar asam salisilat pada tiga sampel non label adalah 0,15%, 0,19% dan 0,09%.

Kata kunci: Asam salisilat, bedak, spektrofotometri UV

PENDAHULUAN

Kosmetik Menurut Permenkes RI No: 1175/MenKes/PER/VIII/2010 adalah bahan atau sediaan yang dimaksudkan untuk digunakan pada bagian luar tubuh manusia (epidermis, rambut, kuku, bibir dan organ bagian luar) atau gigi dan membran mukosa mulut terutama untuk membersihkan, mewangikan, mengubah penampilan dan atau memperbaiki bau badan atau melindungi atau memelihara tubuh pada kondisi baik. Bedak tabur (*Loose powder*) merupakan produk kosmetik bedak yang memiliki bentuk bubuk halus.

Asam salisilat dikenal juga dengan Asam 2, hidroksi-benzoat merupakan senyawa golongan fenol (Warrier, 2013). Pemerian hablur, biasanya berbentuk jarum halus atau serbuk halus; putih; rasa agak manis, tajam dan stabil di udara. Bentuk sintetis warna putih dan tidak berbau. Kelarutannya sukar larut dalam air dan dalam benzena. Mudah larut dalam etanol dan dalam eter. Larut dalam air mendidih dan agak sukar larut dalam kloroform. Khasiat dan penggunaan sebagai keratolitikum (menipiskan selaput kulit/meratakan kulit) dan anti fungi. Asam salisilat merupakan senyawa

yang berkhasiat sebagai fungisidal dan bakteriosatis lemah. Asam salisilat bekerja keratolitik sehingga digunakan dalam sediaan obat luar terhadap infeksi jamur yang ringan (Astuti, 2007).

Asam salisilat sebagai zat aktif utama maupun tambahan tersedia dalam berbagai produk dengan beragam vehikulum. Penggunaan asam salisilat harus tetap berhati-hati dan tidak boleh diberikan pada area yang luas dalam jangka panjang (Sulistyaningrum, 2012).

Asam salisilat merupakan zat yang sering ditambahkan pada produk perawatan kulit untuk jerawat dan psoriasis. Dalam Peraturan Kepala Badan POM RI Nomor Hk.03.1.23.08.11.07517 Tahun 2011 tentang Persyaratan Teknis Bahan Kosmetika, kadar asam salisilat dibatasi 3% untuk produksi bilas dan 2% untuk produk lainnya.

Asam salisilat adalah obat topikal murah yang digunakan sebagai bahan penting dalam banyak produk perawatan kulit yaitu untuk pengobatan jerawat, psoriasis, kapalan, kutil, ketombe, dan masalah kulit lainnya (Choi, 2012). Asam salisilat bekerja sebagai keratolitik, komedolitik dan sebagai bakteriosatik,

membuka pori-pori yang tersumbat, juga digunakan dalam beberapa produk sampo untuk mengobati ketombe (Patil, 2015).

METODE

Penelitian ini dimulai dengan pengambilan sampel secara acak yang beredar di daerah Majalaya, Kabupaten Bandung dimana popularitas produk kosmetik bedak tabur yang diambil sudah mewakili sampel yang beredar. Sampel bedak tabur kemudian di ambil sebanyak 6 sampel yaitu 3 sampel bedak tabur yang berlabel dan 3 sampel bedak tabur tanpa label.

Penyiapan Reagen Untuk Uji Kualitatif

Sejumlah 1 g FeCl_3 dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL dan dilarutkan dengan akuades sampai tanda batas, sehingga diperoleh FeCl_3 1%.

Optimasi Pelarut

Optimasi pelarut dilakukan pada beberapa pelarut organik yaitu aseton, etanol dan methanol.

Pembuatan Larutan Standar 100 bpj

Dipipet 2,5 mL dari larutan induk 1000 bpj, dimasukkan kedalam labu ukur 25 mL, ditambahkan 10 mL metanol (hasil yang optimal). Dikocok homogen,

kemudian ditambahkan kembali pelarut tersebut sampai tanda batas.

Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Panjang gelombang (λ) maksimum ditentukan dengan cara memindai serapan standar dalam spektro UV-Vis pada kisaran panjang gelombang 200-400 nm.

Persiapan kurva kalibrasi

Absorbansi larutan standar diukur pada λ maksimum yang telah ditentukan yang kemudian dibuat persamaan garis kurva kalibrasinya. Kurva kalibrasi dibuat melalui hubungan serapan panjang gelombang (absorpsi) terhadap konsentrasi dari beberapa larutan standar yang dibuat satu seri larutan baku asam salisilat dengan konsentrasi bertingkat. Diukur serapan konsentrasi pada panjang gelombang masing-masing. Dibuat larutan standar dengan 7 konsentrasi yaitu ; 7 bpj, 10 bpj, 13 bpj, 16 bpj, 19 bpj, 22 bpj dan 25 bpj.

Penentuan Batas Deteksi dan Batas Kuantisasi

Dari kurva kalibrasi dapat dilakukan penentuan batas deteksi dan batas kuantisasi dengan menggunakan rumus:

$$S_{y/x} = \frac{\sqrt{\sum(y-y')^2}}{n-2}$$

Batas deteksi (BD):

$$BD = \frac{3 S_{y/x}}{\text{Slope}(b)}$$

Batas kuantisasi (BK):

$$BK = \frac{10 S_{y/x}}{\text{Slope}(b)}$$

Uji Linieritas

Dari data tersebut juga dapat dilakukan perhitungan linieritas dengan rumus dibawah ini:

$$S_{x0} = \frac{S_{y/x}}{b} \quad V_{x0} = \frac{s_{x0}}{x} \times 100\%$$

Keterangan:

X= rata-rata konsentrasi larutan standar.

Pembuatan Bedak Tabur Simulasi

Bedak tabur tanpa asam salisilat (talkum) ditimbang sebanyak 5 gram kemudian dimasukkan kedalam mortir dan ditambahkan asam salisilat dengan konsentrasi yang berbeda. 80% dengan penambahan asam salisilat sebanyak 80 mg, 100% dengan penambahan asam salisilat sebanyak 100 mg dan 120% dengan penambahan asam salisilat sebanyak 120 mg. Aduk sampai homogen. Masukkan kedalam wadah bedak untuk kemudian ditimbang pada proses preparasi dan akurasi menggunakan bedak tabur simulasi.

Penentuan Akurasi dan Presisi

Sebanyak 500 mg bedak simulasi ditimbang dari masing-masing konsentrasi 80%, 100%, dan 120% dalam gelas kimia 25 mL, ditambahkan 10 mL pelarut pengekstraksi kemudian lakukan sonikasi selama 15 menit, hasil ekstraksi di sentrifuga selama 20 menit sampai menjadi larutan bening dan ada endapan. Untuk memisahkan larutan dengan endapan, larutan disaring menggunakan kertas saring, masukkan kedalam labu ukur 10 mL, ditambahkan metanol sampai tanda batas. Dipipet 2 mL larutan sampel simulasi, kemudian masukkan kedalam labu ukur 10 mL ditambahkan metanol sampai tanda batas. Kemudian dipipet kembali 1 mL kedalam labu ukur 10 mL dan ditambahkan pelarut sampai tanda batas. Diukur absorbansinya menggunakan Spektrofotometri UV pada panjang gelombang 302 nm.

Akurasi (% Recovery)

Recovery dapat dihitung dengan cara penentuan nilai perolehan kembali seperti dibawah ini:

$$\%Akurasi = \frac{\text{Nilai Pengukuran}}{\text{Nilai Sebenarnya}} \times 100\%$$

Presisi

Presisi dapat di ukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif

(koefesien variasi). Dapat dihitung dengan cara berikut:

$$\text{Simpangan baku (SD)} = \frac{\sqrt{\sum(y-y')^2}}{n-2}$$

Atau sebagai koefesien variasi (KV)

$$\text{KV} = \frac{\text{SD}}{x'} \times 100\%$$

Analisis Sampel

Sejumlah 500 mg sampel bedak tabur ditimbang dari masing-masing sampel dalam gelas kimia 25 mL dan dilarutkan dengan 10 mL pelarut pengekstraksi kemudian dilakukan sonikasi selama 15 menit. Larutan dimasukkan kedalam tabung reaksi, kemudian hasil ekstraksi disentrifuga selama 20 menit hingga tidak berwarna dan ada endapan, Kemudian larutan disaring menggunakan kertas saring, dimasukkan kedalam labu ukur 10 mL, ditambahkan dengan metanol sampai tanda batas. Filtrat dikumpulkan sebagai larutan sampel untuk ditentukan kadarnya.

Pengukuran Kadar

Sejumlah 2 mL larutan sampel dimasukkan kedalam labu ukur 10 mL dan ditambahkan larutan metanol sampai tanda batas. Kemudian dipipet lagi 1 mL kedalam labu ukur 10 mL dan ditambahkan pelarut sampai tanda batas, kemudian diukur absorbansinya

menggunakan Spektrofotometri UV pada panjang gelombang 302 nm.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis kadar asam salisilat dalam sediaan bedak tabur. Adapun sampel bedak tabur yang digunakan dalam penelitian ini adalah bedak tabur yang beredar di pasaran sekitar daerah Majalaya, Kabupaten Bandung. Bedak tabur tersebut meliputi bedak tabur yang dijual dengan label dan tanpa label. Analisis asam salisilat ini menggunakan alat Spektrofotometri UV.

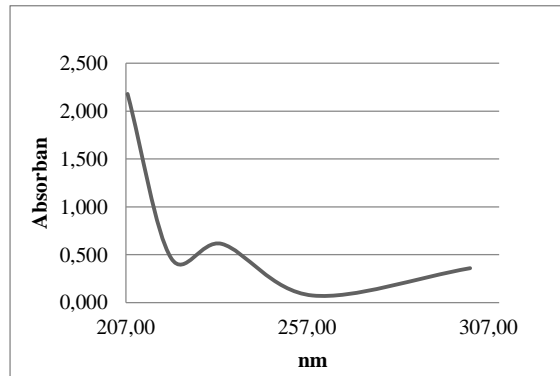
Penggunaan Spektrofotometri UV untuk penetapan kadar asam salisilat dalam bedak ini karena asam salisilat selain mempunyai gugus hidroksi juga mempunyai gugus kromofor sehingga dapat ditentukan menggunakan alat spektrofotometri UV. Selain itu waktu analisis relatif cepat, mempunyai ketelitian yang tinggi dan cukup mudah. Dengan menggunakan detektor UV.

Optimasi pelarut dilakukan terhadap beberapa pelarut organik yaitu: aseton, etanol dan metanol. Optimasi pelarut dilakukan dalam hal memilih pelarut apa yang paling optimal dalam menyerap panjang gelombang. Pada panjang gelombang maksimum, nilai absorbansinya adalah nilai yang paling

besar. Hal ini berarti kapasitas sinar radiasi yang diserap paling banyak pada panjang gelombang tersebut. Dari hasil optimasi pelarut, menunjukkan hasil yang baik pada pelarut metanol. Nilai absorbansi asam salisilat dalam pelarut methanol diberikan pada Tabel 1 dan Gambar 1. Pada optimasi pelarut metanol didapatkan hasil yang baik diperoleh pada panjang gelombang 302 nm.

Tabel 1. Nilai Absorban Asam Salisilat dalam Pelarut Metanol

N0	Wavelength	Abs
1.	302.00	0.35892
2.	233.50	0.61295
3.	207.50	2.17984
4.	258.50	0.07378
5.	219.50	0.46500



Gambar 1. Hasil Optimasi Asam Salisilat dalam Pelarut Metanol

Uji Kualitatif

Uji kualitatif adalah untuk mengidentifikasi senyawa pada fenol pada asam salisilat. Sebelum dilakukan uji kuantitatif asam salisilat dilakukan uji kualitatif terlebih dahulu. Berdasarkan

percobaan bahwa saat dilakukan dengan cara penambahan FeCl_3 kedalam larutan sampel sehingga menghasilkan warna ungu, sehingga menunjukkan hasil yang positif. Fenol yang bereaksi dengan FeCl_3 akan memberikan warna ungu, karena asam salisilat adalah senyawa yang mengandung fenol maka reaksi FeCl_3 dengan asam salisilat juga akan memberikan warna ungu (Auterhoff, 1987).

Tabel 2. Hasil Uji Kualitatif

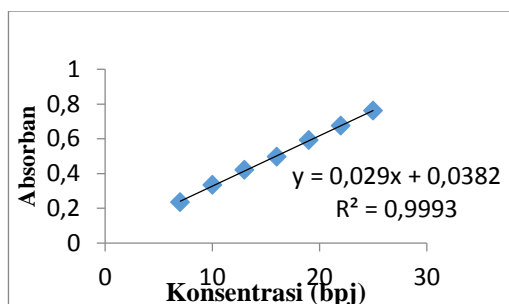
Sampel berlabel		Sampel tanpa label	
Sampel	Hasil	Sampel	Hasil
1.	Positif (ungu)	1.	Positif (ungu)
2.	Positif (ungu)	2.	Positif (ungu)
3.	Positif (ungu)	3.	Positif (ungu)

Penentuan Panjang Gelombang Standar Asam Salisilat

Berdasarkan hasil pengukuran panjang gelombang maksimum asam salisilat diperoleh panjang gelombang 302 nm dengan konsentrasi 10 bpg dalam pelarut methanol.

Kurva Kalibrasi Asam Salisilat

Berdasarkan hasil kurva kalibrasi dari seri konsentrasi yang berbeda maka didapat nilai $a=0,03826$, nilai $b=0,02898$, dan nilai $r= 0,99928$.



Gambar 2. Kurva Kalibrasi Standar Asam Salisilat

Uji parameter BD (Batas Deteksi) dan BK (Batas Kuantisasi)

Dari data kurva kalibrasi diperoleh nilai $r=0,99928$ dengan menggunakan persamaan regresi linier $y=0,02898x+0,03826$. Nilai $r = 0,99928$ menunjukkan bahwa nilai koefisien korelasi lebih besar dari 0,999 atau mendekati 1 sehingga kurva kalibrasi asam salisilat memberikan nilai linearitas yang baik dan penetapan kadar dengan kurva kalibrasi terjamin kebenarannya.

Dari data hasil diperoleh batas deteksi dan batas kuantisasi untuk asam salisilat masing-masing sebesar 0,56 $\mu\text{g/mL}$ dan 1,85 $\mu\text{g/mL}$. Perhitungan dilakukan secara statistik melalui garis regresi linier dari kurva kalibrasi. Batas deteksi yang menyatakan konsentrasi analit terendah dalam sampel yang masih dapat terdeteksi, sedangkan batas kuantisasi menyatakan konsentrasi analit terendah dalam sampel yang dapat

ditentukan secara kuantitatif pada tingkat ketelitian dan ketepatan yang baik.

Uji Perolehan Kembali (Akurasi) dan Presisi

Penentuan akurasi dan presisi dapat ditentukan dengan uji perolehan kembali menggunakan talkum yang ditambahkan dengan standar asam salisilat yang telah diketahui kadarnya, yaitu 80% 100% dan 120%. Sampel dibuat 3 replikat dengan perlakuan yang sama untuk akurasi dengan 3 konsentrasi yaitu 80%, 100% dan 120% dan sampel dibuat 6 replikat untuk presisi dengan 1 konsentrasi saja yaitu 100%.

Lalu uji perolehan kembali ditentukan dengan membandingkan kadar hasil analisis dengan kadar asam salisilat sebenarnya. Pengukuran akurasi dengan metode sampel simulasi secara *intraday*. Sedangkan pengukuran presisi dengan metode sampel simulasi secara *intraday* dan *interday*. *Intraday* merupakan pengulangan yang dilakukan tiap jam tertentu dalam satu hari, sedangkan *interday* merupakan pengulangan yang dilakukan tiap hari pada jam tertentu dalam beberapa hari. Serta dihitung nilai presentase perolehan kembali (presentase recovery), presentase simpangan baku relatifnya (SBR) atau koefisien variasi (KV).

Berdasarkan hasil perhitungan untuk akurasi dari ketiga konsentrasi yang berbeda yaitu (80%, 100% dan 120%), didapatkan nilai % *recovery* rata-rata untuk masing-masing konsentrasinya yaitu 96,71%, 91,28% dan 92,89%. Hasil uji akurasi diberikan pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil Uji Akurasi

Akurasi	
Sampel Simulasi	%Recovery
80%	96,71
100%	91,28
120%	92,89

Pengukuran untuk nilai presisi dilihat dari presentase koefisien variasi. Diperoleh data koefisien variasi pengerjaan dalam hari yaitu 0,25 pada waktu pagi; 0,27 pada waktu siang; dan 0,28 pada waktu sore hari. Kemudian data koefisien variasi pengerjaan antar hari yaitu 0,25 untuk hari pertama; 0,33 untuk hari kedua; dan 0,26 untuk hari ketiga. Hasil uji presisi diberikan pada Tabel 4.

Berdasarkan nilai presentase koefisien variasi yang diperoleh sudah memenuhi syarat yang ditentukan dimana nilai presentase koefisien variasinya kurang dari 2% (Harmita, 2004). Nilai koefisien variasi pada pengerjaan dalam hari yang paling baik yaitu pada waktu pagi hari sebesar 0,25 dan nilai koefisien

variasi pada pengerjaan antar hari yang paling baik yaitu pada hari pertama sebesar 0,25. Karena semakin kecil nilai koefisien variasi akan semakin presisi.

Tabel 4. Hasil Uji Presisi

Sampel Simulasi	Presisi		
	<i>Intraday</i>		
100%	KV Pagi	KV siang	KV sore
	0,25	0,27	0,28
100%	<i>Interday</i>		
	KV hari ke-1	KV hari ke-2	KV hari ke-3
	0,25	0,33	0,26

Kriteria ini sudah masuk rentang yang diperbolehkan karena kriteria penerimaan untuk akurasi pada penetapan kadar komponen dalam sediaan farmasi yaitu 80-120%. Kriteria penerimaan koefisien variasi untuk presisi yaitu kurang dari 2%. Hasil uji perolehan kembali yang dilakukan sudah memenuhi syarat.

Penentuan Kadar Sampel

Penentuan kadar pada sampel untuk mengetahui berapa kadar asam salisilat yang terdapat pada bedak tabur, perlakuannya hampir sama dengan uji akurasi dan presisi. Hasil penentuan kadar sampel diberikan pada Tabel 5. Berdasarkan hasil pengukuran kadar

asam salisilat pada bedak tabur yang berlabel diperoleh sebesar 1,66%, 0,50% dan 0,19%. Sedangkan hasil pengukuran kadar asam salisilat pada bedak tabur yang nonlabel diperoleh sebesar 0,15%, 0,19% dan 0,09%. Keenam sampel bedak tabur yang berlabel dan non label yang diuji semua sampel tidak ada yang melebihi batas yang telah di tentukan yang diperbolehkan dijual di pasar yaitu dengan kadar 2%.

Tabel 5. Hasil Penentuan Kadar

Sampel yang Berlabel	
Sampel Bedak	%Kadar
Sampel A	1,66
Sampel B	0,50
Sampel C	0,19
Sampel tanpa Label	
Sampel Bedak	%Kadar
Sampel A	0,15
Sampel B	0,19
Sampel C	0,09

DAFTAR RUJUKAN

Permenkes RI Nomor.
1175/MenKes/PER/VIII/2010.
Tentang Izin Produksi Kosmetika
Peraturan Kepala Badan POM Republik
Indonesia Nomor:
Hk.03.1.23.08.11.07517 Tahun 2011
Tentang Persyaratan Teknis Bahan
Kosmetika.

KESIMPULAN

Hasil validasi yang telah dilakukan, metode spektrofotometri dapat digunakan untuk menganalisis asam salisilat di dalam sediaan kosmetik bedak tabur.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa pada enam (6) sampel kosmetik bedak tabur yang di analisis mengandung asam salisilat dan hasil penetapan kadar asam salisilat pada tiga (3) sampel bedak tabur yang berlabel (bermerk) diperoleh sebesar 1,66%, 0,50% dan 0,19%.

Hasil pengukuran kadar asam salisilat pada tiga (3) sampel bedak tabur yang dijual yang non label (tanpa merk) diperoleh sebesar 0,15%, 0,19% dan 0,09%. Keenam sampel bedak tabur yang sampel berlabel (bermerk) dan non label (tanpa merk) yang diuji semua sampel tidak ada yang melebihi batas yang telah ditentukan yang diperbolehkan dijual di pasar yaitu dengan kadar 2% .

Astuti, Y.I., Sudirman, I., dan Hidayati, U. (2007): Pengaruh Konsentrasi Adaps Lanae Dalam Dasar Salep Cold Cream Terhadap Pelepasan Asam Salisilat, Pharmacy, Vol. 05, Universitas Muhammadiyah Purwokerto.

- Choi, J.M., Kim, K., Cho, E., dan Jung, S. (2012): Solubility Enhancement of Salicylic Acid by Complexation with Succinoglycan Monomers Isolated from *Sinorhizobium meliloti*, *Bull. Korean Chem. Soc.* 2012, Vol. 33, No. 6.
- Patil, A.S., Khairnar, J.B., Mane, V.D., dan Chaudhari, R.B. (2015): A validated stability-indicating HPLC related substances method for salicylic acid in bulk drug and dosage form, *World J Pharm Sci* 2015; 3(6): 1184-1190.
- Sulistyaningrum, K.S., Nilasari, H., dan Effendi, H.E. (2012): Penggunaan Asam Salisilat dalam Dermatologi, *J Indon Med Assoc*, Volum: 62, Nomor: 7.