UJI SIFAT FISIK DAN ANALISIS ASAM SALISILAT SEDIAAN SHAMPO ANTI KETOMBE DI PASARAN

Test of Physical Trait and Acid Analysis of Salicylic Shampoo Anti Dandruff in The Market

ARDIN FITRIYANTI¹*, FITA SARI², RAHMA DIYAN MARTHA³

¹Mahasiswa Program Studi D3 Analis Farmasi dan Makanan Fakultas Sains, Teknologi dan Analisis Institut Ilmu Kesehatan Bhakti Wiyata Kediri, Indonesia

²Dosen Program Studi D3 Analis Farmasi dan Makanan Fakultas Sains, Teknologi dan Analisis Institut Ilmu Kesehatan Bhakti Wiyata Kediri, Indonesia

³Dosen Program Studi S1 Kedokteran Gigi Fakultas Kedokteran Gigi Institut Ilmu Kesehatan Bhakti Wiyata Kediri, Indonesia

*Corresponding authors: ardinf25@gmail.com

ABSTRACT

Shampoo was a cosmetic preparation whose main function to clean the hair and scalp. Salicylic acid was a substance that was often used as the basis of addition to the product of dandruff shampoo treatment because its effect as keratolic can accelerate cell regeneration. Salicylic acid or salicylic acid levels were limited to 3.0% rinse according to BPOM. This study aims to determine the physical stability and salicylic acid levels contained in labeled (branded) shampoo preparations using the UV-Vis spectrophotometry method. The results showed a linear calibration curve with the regression equation y = 0.0092x + 0.1375 and the correlation coefficient (r) of 0.9997. The results showed that the validity test of UV-Vis spectrophotometry method has fulfilled the validation requirements. Three samples of anti-dandruff shampoo cosmetics were analyzed to contain salicylic acid. Salicylic acid levels in shampoo cosmetic products did not exceed the maximum and safe to use., each of them 0.0970%, 0.1796% and 0.2198%.

Keyword: Salicylic Acid, Anti-dandruff, Shampoo, Spectrophotometry

PENDAHULUAN

Rambut merupakan mahkota pada kepala yang juga berfungsi sebagai pelindung kepala manusia. Banyak faktor yang dapat menyebabkan rambut tidak sehat seperti usia, gangguan hormon, kehamilan, pemakaian obat, paparan sinar matahari secara terus-menerus, dan gaya hidup yang tidak sehat. Masalah rambut dan kulit kepala yang banyak dijumpai adalah ketombe kadang disertai pula dengan gatal-gatal (*pruritus*).

Ketombe merupakan sel kulit yang terdapat di kepala, mengelupas secara berlebihan saat proses keratinisasi belum sempurna atau sejenis penyakit peradangan kulit berminyak (dermatitis seboroik) yang paling ringan. Untuk mengatasi permasalan ketombe pada rambut, maka diperlukan perawatan yang ekstra seperti pemakaian shampo yang sesuai seperti shampo anti ketombe.

Shampo merupakan sediaan kosmetik yang fungsi utamanya adalah untuk membersihkan rambut dan kulit kepala. Saat ini shampo merupakan komoditi bisnis kosmetika terpenting dengan nilai penjualan yang tinggi, sehingga berdampak pula pada peningkatan penggunaan shampo. Semakin beragamnya kebutuhan dan selera masyarakat, produk shampo

saat ini sangat bervariasi seperti shampo anti ketombe (Wasitaatmadja, 1997). Salah satu bahan aktif yang terdapat dalam sediaan shampo anti ketombe yaitu asam salisilat.

Asam salisilat merupakan zat yang sering dijadikan dasar penambahan pada produk shampo perawatan ketombe karena efeknya sebagai keratolik dan pada kulit dapat mempercepat regenerasi sel. Berdasarkan Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan RI NOMOR HK.03.1.23.08.11.07517 TAHUN 2011 tentang persyaratan teknis bahan kosmetika asam salisilat atau *salicylic acid* dibatasi penggunaanya untuk sediaan bilas 3,0 % sedangkan sediaan lainnya 2,0 % (BPOM, 2011). Pada sediaan shampo juga diperlukan sifat fisik yang digunakan untuk batas spesifikasi yang ditetapkan (Jusnita, 2017).

Berdasarkan uraian di atas, maka perlu dilakukan uji sifat fisik dan analisis kadar asam salisilat pada merk shampo yang berbeda menggunakan spektrofotometri UV-Vis. Tujuan dari penelitian ini yaitu untuk mengetahui sifat fisik dan kadar asam salisilat dalam sediaan shampo berlabel menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis.

METODE PENELITIAN

Alat yang digunakan spektrofotometri UV-Vis (WFJ-752), peralatan gelas, kertas saring, timbangan analitik, dan kertas pH. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel shampo anti ketombe merk "X", "Y" dan "Z", aquadest, asam salisilat, FeCl3 1%, etanol p.a.

Penelitian ini dimulai dengan pengambilan sampel secara acak yang beredar di pasar daerah kediri, dimana popularitas produk kosmetik shampo yang diambil sudah mewakili sampel anti ketombe yang beredar. Sampel shampo anti ketombe kemudian di ambil sebanyak 3 yang berlabel. Lokasi penelitian di Laboratorium Analisa Obat dan Instrumen Institut Ilmu Kesehatan Bhakti Wiyata Kediri.

Prosedur penelitian yang digunakan yaitu Uji Sifat Fisik Organoleptis dan Kestabilan pH dengan menggunakan panca indra berupa wujud, aroma, dan warna. Selanjutnya dilakukan pengujian nilai pH-nya dengan menggunakan kertas indikator pH (Mahataranti, 2012). Pengukuran Bobot Jenis dilakukan menggunakan alat piknometer pada suhu ruang. Piknometer kosong yang bersih dan kering diukur bobotnya (w3), lalu piknometer berisi aquadest diukur bobotnya (w2). Selanjutnya piknometer berisi sediaan shampoo diukur bobotnya (w3). Tinggi Busa Ukur tertutup, kocok gelas ukur dan catat tinggi busa yang terbentuk (H0), selanjutnya diamkan selama 5 menit dan catat kembali tinggi busa tersebut (H) (Jusnita dan Riska, 2017). 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 430 nm.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui sifat fisik shampo dan kadar asam salisilat yang terkandung dalam sediaan shampo anti ketombe merk "X", "Y" dan "Z". Merk shampo tersebut dipilih karena beredar di pasaran dengan harga yang relatif murah. Penelitian dilakukan dengan tiga tahap yaitu dengan uji stabilitas fisik, uji kualitatif dan uji kuantitatif untuk mengetahui kadar asam salisilat dalam shampo anti ketombe.

Hasil uji stabilitas fisik dilakukan beberapa tahap yaitu organoleptis, kestabilan pH, pengukuran tinggi busa dan bobot jenis. Pengamatan organoleptis bertujuan untuk mengetahui

bentuk, warna maupun bau yang mungkin terjadi selama penyimpanan yang tertera pada tabel 1.

Tabel 1. Hasil Uji Organoleptik

Sampel	Warna	Aroma	Bentuk
X	Putih	Bau Khas, Wangi	Liquid
Y	Putih	Bau Khas, Wangi	Liquid
Z	Putih	Bau Khas, Wangi	Liquid

Pengukuran pH bertujuan untuk mengamati adanya perubahan pH yang mungkin terjadi. pH berhubungan dengan stabilitas zat aktif, efektifitas pengawet, dan keadaan kulit. Pengukuran pH untuk sediaan shampo harus memenuhi syarat yaitu 6–8 menurut standar nasional Indonesia (SNI, 1996) karena jika diluar rentang tersebut maka shampo dapat membuat iritasi pada kulit kepala. Hasil pengukuraan pH yang tertera pada tabel 2 sediaan shampo anti ketombe menunjukkan pH 6-6,5 untuk tiga merk shampo.

Tabel 2. Hasil Uji Kestabilan pH

Sampel	Rata-rata pH
X	6
Y	6
Z	6

Tabel 3. Hasil Uji Tinggi Busa

		<i>v</i>	
Sampel	Tinggi Keseluruhan (H)	Tinggi Busa Awal (HO)	Tinggi Busa Setelah 5 Menit (H1)
X	25 cm	13,5 cm	12,5 cm
Y	25 cm	12,5 cm	11,5 cm
Z	25 cm	14,5 cm	13,2 cm

Pengukuran tinggi busa dilakukan untuk mengetahui kemampuan shampo menghasilkan busa supaya dapat mempertahankan shampo pada rambut, Busa yang terbentuk kemudiaan akan segera terikat dengan lemak sebum sehingga rambut lebih bersih. Syarat tinggi busa adalah 1,3 sampai 22 cm. hasil pengukuran tinggi busa tertera pada tabel 3.

Hasil uji bobot jenis menunjukkan bahwa shampo memenuhi kriteria pengujian bobot jenis, hal ini sesuai dengan standar SNI yaitu berkisar 1,010-1,100 g/mL (SNI, 1996). Nilai bobot jenis dapat dipengaruhi oleh bahan penyusun sediaan serta sifat fisiknya (Gaman dan Sherington, 1990). Hasil analisa kualitatif dengan reaksi warna menunjukkan hasil positif dengan pereaksi FeCl₃. Asam salisilat akan berubah menjadi ungu jika FeCl₃ ditambahkan, karena asam salisilat mempunyai gugus fenol, seperti terlihat pada gambar menjadi ungu karena terjadinya pembentukan kompleks antara Fe dengan OH- yang masih terikat pada benzena. Uji dengan FeCl₃ berguna untuk mengetahui apakah gugus OH fenolik masih terdapat dalam struktur senyawa hasil sintesis. Uji ini dilakukan dengan diteteskan FeCl₃, bila larutan berubah warna menjadi ungu/biru tua, maka senyawa tersebut memiliki gugus OH fenolik pada strukturnya (Warrier R *et al.*,2013).

Tabel 4. Hasil Uji Bobot Jenis

Bobot Jenis
81,6927
81,4859
81,3754

Analisis kuantitatif dilakukan menggunakan metode validasi dengan instrumen spektrofotometri UV-Vis (Bashir SJ *et al.*, 2005). Metode ini mempunyai keuntungan sensitif, batas deteksinya rendah, mudah, akan tetapi kelemahannya adalah perlu perlakuan awal untuk menghilangkan unsur-unsur penganggu, dan menggunakan beberapa macam bahan kimia sebagai pereaksi (Purwanto A. dan Farida Ernawati, 2012).

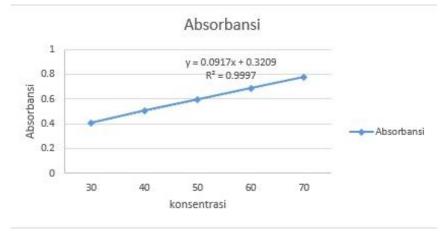
Penetapan kadar asam salisilat dalam shampo anti ketombe merk "X", "Y" dan "Z" ditetapkan secara spektrofotometri UV-Vis yang diawali dengan penentuan panjang gelombang. Penentuan panjang gelombang maksimum digunakan untuk mengetahui panjang gelombang yang dapat menghasilkan serapan maksimum (Wiranti Sri Rahayu *et al.*, 2009). Lamda maksimum hasil penelitian didapatkan pada panjang gelombang 530 nm dengan absorbansi 0,410 nm. Senyawa tersebut diukur menggunakan baku seri dengan konsentrasi 30 ppm.

Tabel 5. Hasil Analisis Kualitatif

Sampel	Hasil (Berdasarkan Literatur)	Hasil
X	Ungu stabil	+
Y	Ungu stabil	+
Z	Ungu stabil	+

Tabel 6. Hasil Penentuan Panjang Gelombang Maksimum dengan Baku Asam Salisilat Konsentrasi 30 ppm

Panjang	Absorbansi
Gelombang	
500	0,391
510	0,402
520	0,408
530	0,410
540	0,409
550	0,403
560	0,400
570	0,387
580	0,374
590	0,370
600	0,362



Gambar 1. Hasil Penemtuam Kurva Kalibrasi Baku Asam Salisilat

Analisa kuantitatif yang diperoleh dilakukan validasi liniearitas diperoleh nilai koefisien korelasi (r) dan koefisien determinasi (R²) yang masing-masing sebesar 0,9997 dan 0,9994. Hasil ini menunjukkan metode analisa memenuhi persyaratan linearitas, yaitu tidak kurang dari (<) 0,99 untuk koefisien korelasi dan tidak kurang dari (<) 0,98 untuk koefisien determinasi (Gandjar, *et al.*, 2012).

Uji presisi dilakukan dengan menggunakan larutan baku asam salisilat dengan konsentrasi 30 ppm yang dibuat sebanyak sepuluh kali untuk dilihat serapannya pada panjang gelombang 530 nm. Hasil serapan digunakan untuk menghitung RSD. Hasil uji presisi diperoleh nilai RSD sebesar 0,5969 %. Hasil ini menunjukkan metode analisa memenuhi persyaratan karena ≤ 1% bisa dikatakan sangat teliti (Gandjar, *et al.*, 2012).

Tabel 7. Hasil Penentuan Uji Presisi

Absorbansi (x)	$(x-\overline{x})$	$(x-\overline{x})^2$
0,412	0,0004	16×10^{-8}
0,412	0,0004	16×10^{-8}
0,412	0,0004	16×10^{-8}
0,412	0,0004	16×10^{-8}
0,410	-0,0016	$2,56 \times 10^{-6}$
0,412	0,0004	16×10^{-8}
0,410	0,0016	$2,56 \times 10^{-6}$
0,412	0,0004	16×10^{-8}
0,412	0,0004	16×10^{-8}
0,412	0,0004	16×10^{-8}
$\bar{x} = 0.4116$		$\sum = 6.4 x 10^{-6}$

Cara Perhitungan

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n - 1}} = \sqrt{\frac{0,000064}{10 - 1}} = 0,00084$$

$$RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% = \frac{0,00084}{0,2116} \times 100\% = 0,3969\%$$

Tabel 8. Hasil Penentuan Uji Presisi

nnm (v)	Absorbansi	Kadar yang	% Perolehan
ppm (x)	Ausorvansi	Diperoleh	Kembali
30	0,410	29,716	99,055
40	0,507	40,294	100,736
50	0,598	50,218	100,436
60	0,686	59,815	99,691
70	0,779	69,956	99,938

Keterangan: Nilai persyaratan 80,00-120,00%

Tabel 9. Hasil Penentuan Uji Linieritas

Linieritas	Nilai yang Diperoleh	Persyaratan
Koefisien relasi (r)	0,9997	$R^2 > 0.98$
Koefisien determinasi (r²)	0,9994	K > 0,98

Keterangan: Nilai persyaratan $r^2 > 0.98$

Tabel 10. Hasil Penentuan Uji LOD dan LOO

			J	
ppm (x)	Absorbansi	$\overline{m{y}}$	$y-\overline{y}$	$(y-\overline{y})^2$
30	0,410	0,4135	-0,0035	0,000012
40	0,507	0,5055	0,0065	0,000042
50	0,598	0,5957	0,0023	0,0000053
60	0,686	0,6877	-0,0017	0,0000029
70	0,779	0,7815	-0,0025	0,0000063
				$\Sigma = 0.000014$

$$S^{x}/y = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^{2}}{n - 2}} = \sqrt{\frac{0,000014}{5 - 2}} = \sqrt{0,0000046} = 0,00216$$

$$LOD = 3,3 \ x \frac{S^{x}/y}{b}$$

$$= 3,3 \ x \frac{0,00216}{0,0092}$$

$$= 0.7533$$

$$LOD = 10 x \frac{S^{x}/y}{b}$$
$$= 10 x \frac{0,00216}{0,0092}$$
$$= 2,2826$$

Tabel 11. Hasil Penetapan Kadar Asam Salisilat Shampo Anti Ketombe Merk 'X", "Y", dan "7"

Sampel	Absorbansi	Absorbansi Rerata	Kadar (ppm)	% Kadar
X1	0,308	0.216	10.402	0.0070
X2	0,315	0,316	19,402	0,0970
Y1	0,465	0.469	25.024	0.1706
Y2	0,470	0,468	35,924	0,1796
Z 1	0,539	0.542	42.067	0.2109
Z2	0,545	0,542	43,967	0,2198

Hasil akurasi diperoleh nilai 99,06%, 100,74%, 100,44%, 99,69%, dan 99,94%. Berdasarkan hasil tersebut, menunjukkan metode analisa memenuhi persyaratan akurasi, yaitu masuk dalam kisaran 80,0-120,0%.

Hasil penetapan kadar asam salisilat dalam sediaan shampo anti ketombe merk "X","Y" dan "Z" didapatkan kadar asam salisilat sebesar 0,0970 %b/v, 0,1796 %b/v dan 0,2198 %b/v memenuhi batas kadar yang ditentukan oleh Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia NOMOR HK.03.1.23.08.11.07517 TAHUN 2011 Tentang Persyaratan Teknis Bahan Kosmetika yaitu tidak lebih dari 3,0%.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil uji sifat fisik dan penetapan kadar asam salisilat dalam shampo anti ketombe yang beredar di Pasar Kota Kediri dapat disimpulkan hasil uji sifat fisik yang telah dilakukan dari ketiga sampel memenuhi kriteria pengujian pH rentang 6-8, untuk bobot jenis berkisar 1,010-1,100 g/mL dan syarat tinggi busa 1,3 sampai 22 cm (SNI, 1996). Shampo positif mengandung asam salisilat dengan kadar yang memenuhi persyaratan Kepala Badan Pengawas

Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor HK.03.1.23.08.11.07517 Tahun 2011 Tentang Persyaratan Teknis Bahan Kosmetika yaitu tidak lebih dari 3,0%.

DAFTAR PUSTAKA

- Apriyani, D., Marwiyah. 2014. Pengaruh Nanan (*Ananas comosus*) Terhadap Rambut Berketombe (Dandruff) Pada Mahasiswa Pendidikan Tata Kecantikan. Semarang: Universitas Negeri Semarang
- BPOM. 2011. Persyaratan Teknis Bahan Kosmetika. Jakarta: Badan POM RI
- Depkes RI, 2000. Parameter Standar Umum Ekstrak Tumbuhan Obat. Jakarta: Departemen Kesehatan RI
- Ditjen POM. 1995. Farmakope Indonesia. Edisi IV. Jakarta: Departemen Kesehatan RI
- Fatmawati, F., Herlina, L. 2017. *Validasi Metode dan Penentuan Kadar Asam Salisilat Bedak Tabur dari Pasar Majalaya*. Bandung: Sekolah Tinggi Farmasi
- Gandjar, Ibnu Gholib Dan Abdul Rohman. 2012. *Analisis Obat Secara Spektroskopi dan Kromatografi*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar
- Jusnita, N., Syah, R. A. 2017. Formulasi dan Uji Stabilitas Fisik Sediaan Shampoo Dari Ekstrak Etanol Daun Pare. Jakarta: Universitas 17 Agustus 1945
- Kulzumia, C.J., Qoyima, D., Wasito, H., Susilowati, S.S. 2017. Spektrofotometri dengan Pendekatan Kemometrika Untuk Analisis Asam Benzoate dan Asam Salisilat Secara Simultan Dalam Sediaan Larutan *Media Pharmaceutica Indonesiana* 1(3): 164-173
- Notoatmodjo, S. 2012. Metodologi Penelitian Kesehatan. Jakarta: Rineka Cipta
- Peraturan Kepala Badan POM Republik Indonesia Nomor: HK.03.1.23.08.11.07517 Tahun 2011 tentang Persyaratan Teknis Bahan Kosmetika
- Rismana, Eriawan., Rosidah, I., Bunga Olivia., Yunianto, P., Erna. 2015. Pengujian Stabilitas Sediaan Luka Bakar Berbahan Baku Aktif Kitosan/Ekstrak Pegagan (*Centella asiatica*). *JKTI* 17(1): 27 37
- Rohman, A. 2016. *Validasi dan Penjaminan Mutu Metode Analisis Kimia*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press